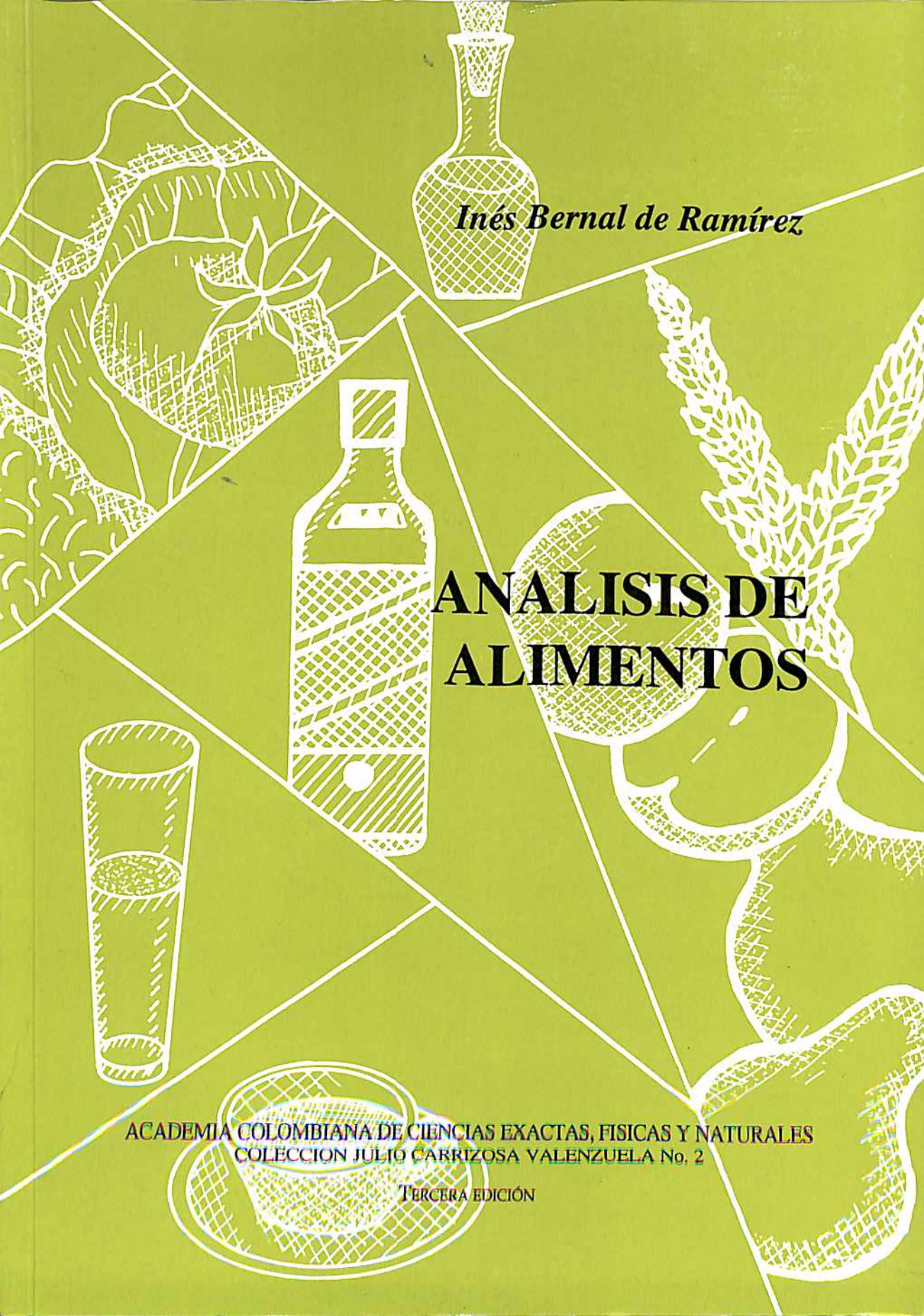


Inés Bernal de Ramírez

ANALISIS DE ALIMENTOS

ACADEMIA COLOMBIANA DE CIENCIAS EXACTAS, FISICAS Y NATURALES
COLECCION JULIO CARRIZOSA VALENZUELA No. 2

TERCERA EDICIÓN

ACADEMIA COLOMBIANA DE CIENCIAS EXACTAS, FISICAS Y NATURALES
COLECCION JULIO CARRIZOSA VALENZUELA No. 2

ANALISIS DE ALIMENTOS

Inés Bernal de Ramírez
Miembro de Número de la Academia
de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales
Profesora Titular de la
Universidad Nacional de Colombia

TERCERA EDICION

SANTAFE DE BOGOTA, D.C. - COLOMBIA
1998

© Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales
Cra. 3a. A No. 17-34, Piso 3o. Apartado 44763
Fax (571)2443186 Tel. (571) 3414805
Sede alterna: Trans. 27 No. 39A - 63/67 – Tel.: 3680365
E.Mail: accefyn@org.co
URL: http: //www.accefyn.org.co

Reservados todos los derechos. Este libro no puede ser reproducido total o parcialmente sin autorización.

Presidente de la Academia: Luis Eduardo Mora-Osejo
Director de Publicaciones : Santiago Díaz-Piedrahita
Comité Editorial
Período 1996-1998 : Diógenes Campos Romero
Hernando Dueñas Jiménez
Paulina Muñoz de Hoyos
Gerardo Pérez Gómez
Víctor Samuel Albis González

ISBN: 958-9205-00-3 Obra completa

Clasificación Dewey: 664.07
Materias: Alimentos -Análisis
Química analítica
Análisis - Química

Diseño de portada: Mónica María Ramírez B.

Autoedición e Impresión:
EDITORA GUADALUPE LTDA.
Apartado 29765 - Tel.: 269 05 32, Santa Fe de Bogotá, D.C.
Printed and Made in Colombia - Impreso en Colombia, 1998

CONTENIDO

CAPITULO I
FARINACEAS 1
1.1 INTRODUCCION 1
1.2 ANALISIS PROXIMO 1
1.2.1 Importancia de los Grupos de Nutrientes 2
1.2.1.1 Humedad 2
1.2.1.2 Extracto Etéreo o Grasa Bruta 3
1.2.1.3 Proteina Bruta. 3
1.2.1.4 Carbohidratos 5
1.2.1.4.1 Fibra Bruta 5
1.2.1.4.2 Fibra Dietaria 9
1.2.4.3 Extracto No Nitrogenado 9
1.2.1.5 Cenizas o Material Mineral 11
1.2.2 Digestibilidad 13
1.2.3 Valor Calórico 14
1.2.3.1 Unidades de Energia 14
1.3 ALIMENTOS CONCENTRADOS 16
1.3.1 Introducción 16
1.3.2 Definiciones 20
1.3.3 Proceso de Obtención de Alimentos Concentrados 20
1.3.3.1 Materias primas 21
1.3.3.2 Formulación 21
1.3.3.3 Terminado 28
1.4 CEREALES, LEGUMINOSAS Y OTRAS FARINACEAS . . . 28
1.4.1 Introducción 28
1.4.2 Principales Cereales 30
1.4.3 Leguminosas y Otras Farináceas 34
1.5 PRODUCTOS DERIVADOS DE FARINACEAS 38
1.5.1 Pan común 38
1.5.1.1 Elaboración del Pan 38
1.5.1.2 Requisitos Comerciales del Pan 39
1.5.2 Harina de Trigo 41
1.5.2.1 Proceso de Obtención de la Harina de Trigo 43
1.5.2.2 Alteraciones y Adulteraciones 43
1.5.2.3 Análisis de la Harina 44
1.5.3 Pastas Alimenticias 44
1.5.3.1 Introducción, Definiciones y Requisitos 44

1.5.3.2 Objeto del Análisis de las Pastas Alimenticias 45
1.6 GUIA PARA EL LABORATORIO 47
1.6.1 Análisis Próximo de Farináceas 47
1.6.1.1 Preparación de la Muestra 47
1.6.1.2 Determinaciones 47
1.6.1.2.1 Humedad 47
1.6.1.2.2 Cenizas 47
1.6.1.2.3 Extracto Etéreo 48
1.6.1.2.4 Fibra Cruda 48
1.6.1.2.5 Proteína Total 51
1.6.1.2.6 Análisis de las Cenizas 53
1.6.1.2.6.1 Determinación de Calcio por Permanganometría 54
1.6.1.2.6.2 Determinación de Calcio por EDTA 56
1.6.1.2.6.3 Determinación de fósforo 56
1.6.2 Análisis de Pan 58
1.6.2.1 Preparación de la muestra 58
1.6.2.2 Determinación del pH del extracto 58
1.6.2.3 Humedad - Cenizas insolubles en ácido 58
1.6.2.4 Determinación del Volumen Específico 60
1.6.3 Análisis de Harinas 60
1.6.3.1 Toma y Preparación de la Muestra de Harina 60
1.6.3.2 Análisis Físico 61
1.6.3.3 Análisis Químico 61
1.6.3.3.1 Agentes Mejorantes 61
1.6.3.3.1.1 Bromatos 61
1.6.3.3.1.2 Persulfatos 61
1.6.3.3.1.3 Vitamina C 61
1.6.3.3.2 Agentes Blanqueadores 61
1.6.3.3.2.1 Cloro 61
1.6.3.3.2.2 Cloro y Bromo 62
1.6.3.3.2.3 Oxidos de Nitrógeno 62
1.6.3.3.2.4 Peróxido de Benzoilo y Persulfatos 62
1.6.3.4 Observación del Gluten en la Harina de Trigo 62
1.6.4 Análisis de Pastas Alimenticias 63
1.6.4.1 Preparación de la Muestra 63
1.6.4.2 Determinación de Acidez 63
1.6.4.3 Ensayo de Cocción y Desmenuzamiento 63
1.7 BIBLIOGRAFIA 65
CAPITULO II
FRUTAS Y HORTALIZAS Y SUS PRODUCTOS 69
2.1 INTRODUCCION 69
2.2 COMPOSICION QUIMICA DE ALGUNAS HORTALIZAS Y FRUTAS 71

2.3 PRODUCTOS INDUSTRIALES A PARTIR DE VEGETALES 76
2.4 ALTERACIONES DE LOS VEGETALES FRESCOS Y USO DE PLAGUICIDAS 77
2.5 ANALISIS PARA CARACTERIZACION DE SUSTANCIAS VEGETALES Y PRODUCTOS INDUSTRIALES CON BASE EN ELLAS 78
2.5.1 Preparación de la Muestra 78
2.5.2 Tipos de Análisis Aplicados 79
2.5.3 Aditivos en Productos de Frutas y Verduras 79
2.5.3.1 Preservativos 79
2.5.3.2 Colorantes 81
2.5.3.3 Edulcorantes 82
2.5.3.3.1 Glucosa y Fructuosa 83
2.5.3.3.2 Sacarosa o Azúcar de Caña 84
2.5.3.3.3 Algunos Derivados Azucarados 84
2.5.3.3.4 Determinación del Contenido de Azúcares 85
2.5.3.3.4.1 Método de Fehling - Soxhlet 85
a. Método Gravimétrico de Munson y Walker 85
b. Método Volumétrico de Eynon - Lane 86
2.5.3.3.4.2 Métodos Opticos 87
2.5.3.4 Saborizantes y Aromatizantes 92
2.5.3.5 Otros Aditivos 92
2.5.3.5.4 Carotenos 94
2.5.3.5.5 Pectinas 95
2.5.3.6 Determinacion de Hierro y Otros Minerales en las Cenizas ... 96
2.6 GUIA DE LABORATORIO DE ANALISIS DE FRUTAS, VEGETALES Y SUS PRODUCTOS 97
2.6.1 Determinación del Agua 97
2.6.2 Determinación de Hierro en las Cenizas 97
2.6.3 Determinación de Caroteno en Plantas 98
2.6.4 Determinación de la Pectina a Partir de la Corteza de Naranja 101
2.6.5 Análisis de Mermeladas y Jaleas 103
2.6.5.1 Preparación de la Muestra 103
2.6.5.2 Determinación de Sólidos Insolubles en Agua 103
2.6.5.2 Determinación de Sólidos Solubles en Agua por Refractometría 104
2.6.5.3 Determinación de Sólidos Totales (Brix verdadero) 104
2.6.5.4 Determinación de pH 104
2.6.5.5 Acidez Total 104
2.6.5.6 Colorantes Artificiales 106
2.6.5.7 Pectina 107
2.6.5.8 Azúcares Reductores y Azúcares Totales 107
2.6.5.8.1 Métodos Químicos 108

2.6.5.8.1.1 Preparación de la muestra 108
2.6.5.8.1.2 Determinación de Azúcares Reductores 109
2.6.5.8.1.2.1 Ensayo previo - Método de Herzfeld 109
2.6.5.2.1.2.2 Método Gravimétrico de Munson y Walker 109
2.6.5.8.1.2.3 Método de Low - Para comprobación 110
2.6.5.8.1.2.3 Determinación de Azúcares Totales 110
2.6.5.8.1.2.3.1 Preparación de la muestra: Inversión 110
2.6.5.8.1.2.3.2 Método Volumétrico de Eynon-Lane 111
2.6.5.8.2 Métodos Polarimétricos 111
2.6.5.8.2.1 Método de doble polarización o sacarosa Clerget 111
2.6.5.9 Cenizas 113
2.6.6 Análisis de Jugos de Frutas 113
2.6.6.1 Determinación de Ácido Ascórbico (Vitamina C) 113
2.6.6.1.1 Método volumétrico del Indofenol 113
2.6.6.1.2 Método Colorimétrico de la 2-Nitroanilina 114
2.6.6.2 Acidez Total 116
2.6.6.3 Azúcares Totales y Reductores 117
2.6.6.4 Gravedad Específica 117
2.6.6.5 Sólidos Solubles 117
2.7 BIBLIOGRAFIA 122
CAPITULO III
SUSTANCIAS GRASAS 125
3.1 INTRODUCCION 125
3.2 COMPOSICION 126
3.3 PROCESO DE PRODUCCION DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y OTROS PRODUCTOS GRASOS DE INTERES ALIMENTICIO 132
3.3.1 Obtención del Aceite Crudo 132
3.3.2 Proceso de Refinación 132
3.3.3 Proceso de Hidrogenación 134
3.3.3.1 Aceites Hidrogenados 134
3.3.4 Aditivos 135
3.3.5 Otros Productos Grasos 135
3.3.5.1 Margarinas 135
3.3.5.2 Aliñado Graso 136
3.4. ALTERACIONES DE LOS ACEITES COMESTIBLES 136
3.4.1 Rancidez Oxidativa 136
3.4.2 Sabores Extraños 137
3.4.3 Daños Enzimaticos 137
3.4.4 Daño Microbiológico 137
3.4.5 Reversión 137
3.4.6 Desecación y Polimerización 139
3.5. ADULTERACIONES DE LOS ACEITES COMESTIBLES . 139
3.6 ANALISIS DE UN ACEITE O GRASA VEGETAL O ANIMAL 140

3.6.1 Métodos Físicos 141
3.6.1.1 Densidad o Gravedad Específica 141
3.6.1.2 Indice de Refracción 142
3.6.1.3 Examen a la Luz Ultravioleta 143
3.6.1.4 Prueba Fría 143
3.6.1.5 Punto de Humo 144
3.6.2. Métodos Químicos 144
3.6.2.1 Indice de Acidez 144
3.6.2.2 Indice de Saponificación 145
3.6.2.3 Indice de Esteres 146
3.6.2.4 Materia no Saponificable 147
3.6.2.5 Indice de Yodo 148
3.6.2.6 Pruebas para Enranciamiento 150
3.6.2.7 Indice de Maumené 151
3.6.2.8 Indice de Acidos Volátiles o de Reichert-Meissl 151
3.6.2.9 Indice de Polenske 152
3.6.2.10 Examen de la Mezcla de Acidos Grasos 152
3.6.2.11 Otros Ensayos 153
3.7 GUIA PARA EL LABORATORIO. ANALISIS DE GRASAS Y ACEITES 154
3.7.1 Preparación de la Muestra 154
3.7.2 Gravedad Específica 154
3.7.3 Indice de Refracción 155
3.7.4 Indice de Acidez 155
3.7.5 Indice de Esteres 155
3.7.6 Prueba Cualitativa Para Aceites Minerales o materia Insaponificable 156
3.7.7 Prueba de Villavecchia-Fabris (para aceite de Ajonjolí) 157
3.7.8 Prueba de Halphen (para aceite de algodón) 157
3.7.9 Ensayo de Kreiss (para rancidez) 157
3.7.10 Indice de Peróxido 158
3.7.11 Indice de Yodo - Método de Hanus 160
3.7.12 Indice de Reichert-Meissl 163
3.7.13 Indice de Polenske 164
3.7.14 Titulo (punto de solidificación de ácidos grasos) 164
3.7.15 Prueba de Elaidina 166
3.8 BIBLIOGRAFIA 167
CAPITULO IV
AGUA POTABLE 169
4.1 INTRODUCCION 169
4.2 DEFINICION 170
4.2.1 Requisitos de Calidad 171
4.2.1.1 Características Físicas 171
4.2.1.1.1 pH o Reacción Acida o Alcalina 171

4.2.1.1.2 Color 172
4.2.1.1.3 Olor 172
4.2.1.1.4 Gases Disueltos 173
4.2.1.1.5 Turbiedad 173
4.2.1.1.7 Sólidos Totales o Residuo Seco a 100-105 °C 174
4.2.1.1.8 Residuo Calcinado al Rojo Oscuro 174
4.2.1.1.9 Materia Orgánica Disuelta 174
4.2.1.2 Normas de Calidad Química 175
4.2.1.2.1 Conductancia Específica 176
4.2.1.2.2 Iónes en Solución 177
4.2.1.2.2.1 Mercurio y Plomo 177
4.2.1.2.2.2 Hierro y Manganeso 178
4.2.1.2.2.3 Cromo Hexavalente 178
4.2.1.2.2.4 Otros Metales 178
4.2.1.2.2.5 Arsénico y Selenio 179
4.2.1.2.2.6 Fosfatos 180
4.2.1.2.2.7 Sulfatos 180
4.2.1.2.2.8 Nitritos, Nitratos, Amoniaco 180
4.2.1.2.2.9 Cianuros 180
4.2.1.2.2.10 Cloruros 181
4.2.1.2.3 Aceites y Grasas 182
4.2.1.2.4 Fenoles 182
4.2.1.2.5 Sustancias Activas al Azul de Metileno 182
4.2.1.2.6 Dureza 183
4.2.1.2.7 Alcalinidad 184
4.2.1.2.8 Fluor 184
4.2.1.2.9 Residuos de Plaguicidas 185
4.2.1.2.10 Análisis Bacteriológico 185
4.3 GUIA PARA EL LABORATORIO 186
4.3.1 Toma de Muestras 186
4.3.2 Análisis Organoléptico 186
4.3.2.1 Número de Umbral de Olor 186
4.3.2.2 Color 188
4.3.2.3 Turbiedad 189
4.3.3 Análisis Químico 190
4.3.3.1 Sólidos Disueltos 190
4.3.3.2 Sólidos Totales 190
4.3.3.3 Sólidos Totales Fijos 190
4.3.3.4 Sólidos Totales Volátiles 190
4.3.3.5 Materia Orgánica Disuelta 191
4.3.3.7 pH 192
4.3.3.8 Acidez o Alcalinidad 192
4.3.3.8.1 Alcalinidad 193
4.3.3.9 Dureza 193

4.3.3.10 Metales Por Absorción Atómica 195
4.3.3.10.1 Determinación de Cobre y Cinc 197
4.3.3.10.2 Determinación de Aluminio y Berilio 197
4.3.3.10.3 Determinación de Cadmio y Plomo 198
4.3.3.10.4 Determinación de Magnesio 199
4.3.3.10.5 Determinación de Manganeso 199
4.3.3.11 Hierro. Determinación Cualitativa 200
4.3.3.12 Arsénico. Método Gutzeit 201
4.3.3.13 Amoniaco Libre y Salino 204
4.3.3.14 Nitritos. Determinación Cualitativa. Método de Griess 204
4.3.3.15 Nitratos. Determinación Cualitativa 205
4.3.3.16 Cloruros. Determinación Cualitativa 207
4.3.3.16.1 Determinación Cuantitativa. 207
4.3.3.16.2 Método Mercuriométrico 207
4.3.3.17 Cloro Residual. Método DPD 209
4.3.3.18 Acido Sulfúrico o Sulfatos 212
4.3.3.19 Acido Fosfórico o Fosfatos 213
4.3.3.20 Gases Disueltos 213
4.3.3.20.1 Acido Carbónico Total 213
4.3.3.20.2 Acido Carbónico de los Bicarbonatos 214
4.3.3.20.3 CO_2 Libre 214
4.3.3.20.4 CO_2 Agresivo 214
4.3.3.21 Demanda Química de Oxígeno (DQO) 214
4.3.3.22 Determinación de Aceite y Grasa 216
4.3.3.23 Fenoles 216
4.3.3.24 Sustancias Activas al Azul de Metileno 218
4.4 Bibliografía 221

CAPITULO V

VINO- AGUARDIENTES Y LICORES 223
5.1 INTRODUCCION 223
5.2 VINO. DEFINICION 224
5.3 COMPOSICION QUIMICA 224
5.4 DEFINICIONES Y CLASIFICACIONES 225
5.4.1 Vinos de Mesa 227
5.4.2 Vinos Licorosos, Generosos o de Postre 229
5.4.3 Vinos Espumosos y Gasificados 230
5.4.4 Vinos de Frutas 232
5.4.5 Otras Clasificaciones 234
5.5 MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS EN COLOMBIA 234
5.6 PROCESO DE FABRICACION 235
5.6.1 Selección de Materia Prima 235
5.6.2 Estrujado o Trituración de la Uva 235
5.6.3 Corrección del Mosto 236
5.6.4 Fermentación 236

5.6.4.1 Fermentación Tumultuosa 236
5.6.4.2 Segunda Fermentación 237
5.6.5 Clarificación 237
5.6.6 Filtración 237
5.6.7 Correcciones 238
5.6.8 Añejamiento 238
5.7 CONSERVACION DE LOS VINOS 238
5.8 ALTERACIONES, ADULTERACIONES, DEFECTOS Y ENFERMEDADES EN LOS VINOS 239
5.8.1 Defectos Naturales 240
5.8.1.1 Vinos Pobres en Etanol 240
5.8.1.2 Vinos con Escasa Acidez Fija 240
5.8.1.3 Vinos con Excesiva Acidez Fija 240
5.8.1.4 Vinos con Mucho Color o con Poco Color 241
5.8.1.5 Vinos con Mucho Extracto o con Poco Extracto 241
5.8.1.6 Vinos muy Astringentes o Poco Astringentes 241
5.8.2 Enfermedades y Defectos Adquiridos 241
5.8.2.1 Vinos muy Dulces 241
5.8.2.2 Vinos con Sabores Extraños 242
5.8.2.3 Avinagramiento 242
5.9 ANALISIS DEL VINO 243
5.9.1 Objetivo 243
5.9.2 Muestra para Análisis 243
5.9.3 Densidad Aparente y Extracto Total 244
5.9.4 Cenizas y Alcalinidad de las mismas 244
5.9.5 Acidez Total 245
5.9.6 Acidez Fija 245
5.9.7 Acidez Volátil 245
5.9.8 Grado Alcohólico 245
5.9.8.1 Cálculo de Grado Alcohólico 246
5.9.8.2 Determinación del Grado Alcohólico con los Alcoholímetros 246
5.9.9 Metanol 247
5.9.10 Esteres 248
5.9.11 Aldehídos 248
5.9.12 Furfural 248
5.9.13 Azúcares 249
5.9.14 Anhídrido Sulfuroso Libre 250
5.9.1.5 Anhídrido Sulfuroso Combinado 250
5.9.16 Colorantes 250
5.9.17 Contenido Calórico de los Vinos 251
5.10 AGUARDIENTES Y LICORES 251
5.10.1 Introducción 251

5.10.2 Aguardiente de Caña 251
5.10.3 Ron 252
5.10.4 Ginebra Compuesta 254
5.10.5 Whisky 254
5.10.6 Licores 256
5.10.6.1 Clasificación 256
5.10.7 ANALISIS DE AGUARDIENTES Y LICORES 257
5.11 GUIA DE LABORATORIO VINOS 258
5.11.1 Toma y Preparación de la Muestra 258
5.11.2 Examen Organoléptico 258
5.11.3 Densidad Aparente 258
5.11.4 Extracto Total 259
5.11.4.1 Método Directo 259
5.11.4.2 Método Indirecto 259
5.11.5 Cenizas 259
5.11.6 Alcalinidad de la Cenizas 260
5.11.7 Acidez Total 260
5.11.8 Acidez Fija 261
5.11.9 Acidez Volátil 261
5.11.10 Alcohol Etílico 261
5.11.11 Esteres 262
5.11.12 Aldehídos 263
5.11.13 Azúcares Reductores 265
5.11.14 Anhídrido Sulfuroso Libre 266
5.11.15 Anhídrido Sulfuroso Combinado 267
5.11.16 Glicerina 267
5.11.17 Colorantes Artificiales 268
5.11.17.1 Ensayo de Arata (para colorantes de carácter ácido) 268
5.11.17.2 Ensayo de Girard. (Para colorantes de carácter básico y para algunos de carácter ácido) 272
5.11.17.3 Ensayo de König. (Para colorantes orgánicos de carácter básico) 272
5.12 GUIA DE LABORATORIO. AGUARDIENTES Y LICORES 272
5.12.1 Determinación de Metanol. 272
5.12.1.1 Método Cromatográfico 272
5.12.2 Determinación de Alcoholes Superiores 274
5.12.3 Furfural 276
5.12.3.1 Determinación Cualitativa 276
5.12.3.2 Determinación Cuantitativa 276
5.13 BIBLIOGRAFIA 278

CAPITULO VI

CERVEZA 281
6.1 DEFINICION 281
6.2 HISTORIA 281

6.3 COMPOSICION 282
6.4 TIPOS DE CERVEZA 282
6.5 MATERIAS PRIMAS 282
6.5.1 Agua 283
6.5.2 Malta de Cebada 283
6.5.3 Materiales Adjuntos 286
6.5.4 Lúpulo 286
6.6 PROCEDIMIENTO GENERAL DE LA FABRICACION DE LA CERVEZA 287
6.6.1 Obtención de la Malta de Cebada 287
6.6.2 Obtención del Mosto 287
6.6.3 Sacarificación 288
6.6.4 Adición de Lúpulo 289
6.6.5 Fermentación 289
6.7 INFECCION DE LA CERVEZA 290
6.7.1 Fuentes de Infección de la Cerveza 290
6.8 OPERACIONES DE BODEGA 291
6.8.1 Clarificación 291
6.8.2 Purificación o Envejecimiento de la Cerveza 291
6.8.3 Carbonatación 292
6.8.4 Envase y Pasteurización 292
6.9 SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA CERVECERA 292
6.9.1 Lúpulo Agotado 292
6.9.2 Levadura de Cerveza 293
6.9.3 Bióxido de Carbono 293
6.9.4 Grano de Cervecería 293
6.10 CONTROL DE CALIDAD 293
6.10.1 Peso Específico 295
6.10.2 Extracto Aparente 295
6.10.3 Extracto Real 296
6.10.4 Extracto Original 296
6.10.5 Tiempo de Conversión 297
6.10.6 pH y Acidez 297
6.10.7 Proteínas 297
6.10.8 Nitrógeno Amino Libre 297
6.10.9 Azúcares Reductores 298
6.10.10 ß-Glucanos 298
6.10.11 Cenizas 298
6.10.12 Color 298
6.10.13 Bióxido de carbono y Aire 298
6.10.14 Valor ITT 299
6.11 GUIA DE LABORATORIO. CERVEZAS 299
6.11.1 ANALISIS DE MALTA 299
6.11.1.1 Preparación de la Muestra 299

6.11.1.2 Determinación de Humedad 300
6.11.1.3 Preparación del Mosto 300
6.11.1.4 Determinación del Tiempo de Conversión 300
6.11.1.5 Determinación del Extracto 301
6.11.1.6 Determinación de Proteínas Solubles 302
6.11.1.7 Determinación de Viscosidad Dinámica 302
6.11.2 Análisis de Cerveza 302
6.11.2.1 Preparación de la Muestra 302
6.11.2.2 Determinación del peso Específico Relativo 303
6.11.2.3 Determinación de Turbiedad 303
6.11.2.4 pH 303
6.11.2.5 Determinación de la Acidez Total 304
6.11.2.6 Grado Alcohólico 304
6.11.2.7 Extracto Real 304
6.11.2.8 Determinación de Diacetilo 305
6.12 BIBLIOGRAFIA 307

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Molécula de amilosa 11
Figura 1.2 Molécula de amilopectina 12
Figura 1.3 Estructura de los granos de trigo, maíz, arroz, avena y cebada. 29
Figura 1.4 Plantas de arroz y sorgo 31
Figura 1.5 Maíz 32
Figura 1.6 Apariencia al microscopio de los granos de almidón 46
Figura 1.7 Aparato Soxhlet 50
Figura 1.8 Equipo Kjeldahl 50
Figura 1.9 Aparato para determinación de fibra cruda FIBERTEC 57
Figura 1.10 Destilador automático de proteína KJELTEC 57
Figura 2.1 Piña o ananá 70
Figura 2.2 Caña de azúcar 70
Figura 2.3 El ajo 72
Figura 2.4 La cebolla 72
Figura 2.5 Polarímetro 88
Figura 2.6 Tubos de Polarización 88
Figura 2.7 Refractómetro manual 91
Figura 2.8 Refractómetro de mesa 91
Figura 2.9 Estructura de algunas vitaminas 93

Figura 2.10 Esquemas del ácido 1,4-dimetilpoligalacturónico y una molécula péctica 96
Figura 3.1 Equipo para determinar rancidez de grasas y aceites. Extractor de equilibrio. 138
Figura 3.2 Equipo para la determinación del índice de Reichert Meissl. 163
Figura 3.3 Aparato para determinar el título 165
Figura 4.1 Aparato para determinar arsénico (Gulzeit) 203
Figura 4.2 Sistema modular para análisis de elemento numerales por colorimetria 220
Figura 5.1 Alcoholímetro 247
Figura 6.1 Diagrama de un grano de cebada 284
Figura 6.2 Molino ciclotec para preparación de muestra TECATOR 299

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Reacciones involucradas en el análisis de fibra cruda por el método de Weende oficial AOAC 7
1.2 Reacciones involucradas en el análisis de fibra cruda por el método de la mezcla ácida de White House 8
1.3 Reacciones involucradas en el análisis de fibra cruda por el método de Van Soest 8
1.4 Factores de valor almidón para los principios inmediatos digestibles 15
1.5 Requisitos que debe cumplir el alimento completo para pollos de engorde 18
1.6 Requisitos que debe cumplir el alimento completo para aves de postura 18-19
1.7 Requisitos que debe cumplir el alimento completo para cerdos 19
1.8 Análisis próximo promedio de algunos cereales, leguminosas y oleaginosas 35
1.9 Análisis próximo promedio de algunos productos farináceos 37
1.10 Requisitos del pan común 40
1.11 Requisitos para pastas alimenticias 45

Tabla 2.1 Composición química de algunas plantas y hortalizas 73
2.2 Aditivos de color certificados por la FD&C 81-82
2.3 Indicadores para la determinación de carotenos en algunas plantas 101
2.4 Cambios de color de algunos colorantes 106
2.5 Determinación de ácido ascórbico por el método de la 2-nitroanilina 116
2.6 Azúcares reductores totales requeridos para la completa reducción de 10 cm^3 de soluciones Fheling usados con el método Lane Eynon 118
2.7 Azúcares reductores totales requeridos para la completa reducción de 25 cm^3 de solución Fheling usados con el método volumétrico Lane Eynon 119
2.8 Cálculo de glucosa, fructosa, lactosa, azucar invertido y maltosa a partir del método de Munson y Walker 120
2.9 Método de cálculo para determinar el contenido aproximado de azucar par valores no tabulados en el método de Munson y Walker 121

Tabla 3.1 Acidos grasos más comunes 128
3.2 Densidad de algunos aceites comestibles 142
3.3 Indices de refracción de lagunos aceites comestibles 143
3.4 Equivalencias de los índices de acidez 145
3.5 Indice de saponificación de algunos aceites comestibles 146-147
3.6 Materia insaponificable en aceites refinados 147
3.7 Valores de índice de yodo 150
3.8 Indice de Maumene de algunos aceites 151
3.9 Indice de Acidos Volátiles de algunos Aceites 152

Tabla 4.1 Características físicas del agua potable 171
4.2 Concentraciones máximas permitidas de aniones, cationes y otras sustancias en el agua potable 175
4.3 Criterios de calidad química para el agua potable 176
4.4 Clasificación de las aguas según su dureza 183
4.5 Concentraciones de fluor admisibles en agua potable 184
4.6 Números de umbral de olor correspondientes a varias diluciones 187
4.7 Preparación de soluciones amortiguadoras 192
4.8 Solución patrón, combinaciones comburente-combustible y ajustes de longitud de onda para la determinación de metales por absorción atómica 196

Tabla	5.1	Clasificación general de los vinos	226
	5.2	Requisitos para los vinos de mesa	228
	5.3	Requisitos para los vinos generosos o de postre	230
	5.4	Requisitos para los vinos espumosos o gasificados	231
	5.5	Requisitos para los vinos de frutas	233
	5.6	Correcciones para calcular el grado alcohólico a diferentes temperaturas	247
	5.7	Tabla de Windish para calcular extracto total	269
	5.8	Tabla para calcular el grado alcohólico	270-271
	5.9	Requisitos para el aguardiente de caña	252
	5.10	Requisitos para el ron	253
	5.11	Requisitos para la ginebra compuesta	254
	5.12	Requisitos que debe cumplir el whisky	255
Tabla	6.1	Requisitos para la malta cervecera	285

PROLOGO

Por la crucial importancia que siempre ha tenido y tendrá en todos los ámbitos el área de los alimentos, las investigaciones y las publicaciones que sobre este tema se generen, merecen el reconocimiento de la comunidad universal.

Dentro de esta área el análisis químico constituye una de las herramientas indispensables para el estudio y la aplicación del control de calidad y para llevar a cabo cualquier desarrollo que implique medir características de los productos alimenticios.

A todas aquellas personas comprometidas en estas tareas de análisis va dirigida esta obra, fruto del ejercicio docente de la profesora Inés Bernal de Ramírez frente a la asignatura Análisis de Alimentos, durante varios años en la Universidad Nacional.

El aporte del trabajo radica fundamentalmente en dos hechos: el haber efectuado el proceso de adaptación de la mayor parte de las técnicas que aparecen consignadas en el texto, y el presentar simultáneamente, para el caso de cada producto, las normas legales vigentes en Colombia, a manera de confrontación.

Es importante hacer énfasis en que las técnicas recopiladas no han sido simplemente transcritas de la literatura; el proceso de adaptación implica: la consulta bibliográfica, la selección de aquellas más relevantes y que puedan desarrollarse en nuestros laboratorios de acuerdo con la disponibilidad de recursos y equipos, la experimentación, el ajuste de las especificaciones según las condiciones de nuestro medio, y finalmente, el uso y verificación repetidos de la técnica.

Este manual permite entonces a los analistas la utilización inmediata de las técnicas de laboratorio y suministra los criterios de comparación de los resultados obtenidos.

Indudablemente obras como ésta que requieren de tanto aliento y esfuerzo, constituyen un aporte valioso para los laboratorios docentes e industriales, trascienden el campo de nuestra universidad y se proyectan al desarrollo del país.

Luz Angela Kairuz de Civetta
Ciudad Universitaria, mayo/93

PREFACIO

Más de veinte años frente a la cátedra de Análisis de Alimentos en Química Analítica, en el Departamento de Química de la Universidad Nacional de Colombia, me han convencido del inmenso poder didáctico que tiene esta asignatura en la formación de los profesionales Químicos, al brindarles simultáneamente la oportunidad de aplicar los fundamentos de la Química Analítica y la Fisicoquímica en la determinación de la calidad de una sustancia y culminar su práctica juzgando la muestra a la luz de las Normas oficiales que rigen la comercialización y el uso de dichas materias primas o productos. El presente trabajo pretende sistematizar parte de la experiencia acumulada y está dirigido a satisfacer las necesidades de los estudiantes de Química, Farmacia, Nutrición y demás personas que se ocupan en los laboratorios del análisis químico de alimentos.

Muchos son los métodos propuestos para el examen de estas sustancias y se encuentran numerosas obras que brindan, como esta, criterios y metodologías analíticas. Sin embargo, en esta he querido presentar solo los métodos, en mi opinión más valiosos, para la determinación de los constituyentes de mayor importancia en cada caso, omitiendo otros, pues no era mi interés agotar el tema. Además los que se presentan han sido aplicados en la cátedra y se describen con los detalles que han surgido, precisamente en su aplicación.

En general los métodos originales son los recomendados por la A.O.A.C. (Association of Official Analytical Chemists) en su última edición en 1984, aun cuando en ocasiones recomiendo métodos aparecidos en ediciones anteriores, por considerarlos más aplicables en nuestro medio. También se presentan algunas Normas elaboradas por el Instituto Colombiano de Normas Técnicas, ICONTEC,y por otros organismos oficiales como el Ministerio de Salud y metodologías tomadas de obras como el Tratado de Química Analítica Aplicada de Victor Villavechia, el cual no ha perdido vigencia entre nosotros.

Esta obra consta de seis capítulos, correspondientes a: Farináceas, Frutas, Hortalizas y sus productos; Sustancias Grasas; Agua Potable; Vinos, Aguardientes, Licores y Cervezas. Cada uno de los

temas se caracteriza en relación con los criterios analíticos de calidad, indicando los casos y problemas que puede presentar cada muestra y cual es el fundamento de la metodología que puede ayudar a resolverlos, complementada con comentarios que garanticen su adecuada aplicación. Se indica también en algunos casos la forma de utilizar los resultados analíticos en la práctica industrial. Finalmente se propone una Guía de Laboratorio, donde se describen minuciosamente los métodos, en tal forma que se facilite su aplicación en el laboratorio que no dispongan de instrumental sofisticado, como son la mayoría de los existentes en nuestra industria. Al final de cada capítulo se propone una bibliografía que agrupa tanto las obras que me han ayudado en la práctica o como referencia para redactar, así como otras numerosas referencias de utilidad en nuestro medio.

Algunas de las metodologías propuestas han sido probadas y aplicadas en otras cátedras como Bioquímica, Análisis de Instrumental y gentilmente cedidas por los profesores para poderlas integrar en el texto. Es la oportunidad de agradecer a estos compañeros por cuanto han enriquecido mi recopilación, con los datos obtenidos en sus prácticas.

Finalmente aprovecho la oportunidad para rendir público testimonio de agradecimiento al Dr. Luis Enrique Gaviria Salazar, mi maestro y colaborador durante todos estos años, quien con su enorme experiencia y disciplina analítica, ha contribuido en la formación de numerosas generaciones de químicos. A los profesores Luz Angela Kairuz, Salomón Ferreira y Rosita Guzmán por haberme brindado su apoyo leyendo el texto y haciéndome valiosas sugerencias, y a la colega Marlén Pérez por el cuidado y esmero desplegados en el levantamiento del texto.

No es menor mi agradecimiento a las directivas de la ACADEMIA COLOMBIANA DE CIENCIAS EXACTAS FISICAS Y NATURALES por incluir esta obra dentro de las colecciones de la Academia, y a las directivas de la FACULTAD DE CIENCIAS DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL por el apoyo económico sin el cual no hubiera sido posible su realización.

La Autora

CAPITULO I

FARINACEAS

1.1 INTRODUCCION

Las plantas verdes asimilan sustancias inorgánicas del suelo, con las cuales forman su protoplasma vivo y construyen su estructura. Afortunadamente para el hombre y el mundo animal, las plantas elaboran una cantidad de alimentos mucho mayor que los que necesitan y los almacenan como reserva alimenticia en forma de grasas, carbohidratos y proteínas en sus raíces, tallos, hojas, frutos y semillas. Para la alimentación humana los frutos secos y las semillas, especialmente de cereales, por su bajo contenido de agua son las que tienen más importancia, pues contienen varios principios nutritivos concentrados y son además fáciles de transportar y almacenar. Las raíces, tubérculos y bulbos contienen principalmente carbohidratos y mayor proporción de agua que los anteriores y por eso siguen en importancia como fuente de nutrientes. Finalmente pueden colocarse las partes foliares de las plantas, las verduras y hortalizas y los frutos carnosos, que aportan fibra, vitaminas y sales minerales y ácidos orgánicos.

Los componentes generales de las plantas pueden determinarse siguiendo las especificaciones del Análisis Próximo.

1.2 ANALISIS PROXIMO

Se da el nombre de Análisis Próximo al conjunto de determinaciones que describen la composición nutritiva de una sustancia alimenticia. Comprende las determinaciones de humedad o sustancias volátiles a 100 °C, extracto etéreo o grasa bruta, cenizas o material mineral, fibra bruta, proteína bruta y extracto no nitrogenado. El

término bruto aplicado a estas determinaciones, se explica por que en ellas se determinan grupos de sustancias que responden a ciertas características, pero no se identifican particularmente con cada una de ellas.

Este análisis fue ideado en la estación experimental agrícola de Weende a mediados del siglo XIX, como metodología para caracterizar alimentos para animales y si bien es cierto que esta es su principal aplicación, su uso se ha extendido a prácticamente todas las sustancias alimenticias que puedan reducirse al estado de harina.

Los métodos analíticos utilizados han sufrido algunas modificaciones a través de los años, que buscan principalmente hacerlos más operativos y la expresión de los resultados se adapta a las circunstancias de la muestra analizada; así por ejemplo, se encuentran resultados en base húmeda, en base seca, sobre 100 g de material comestible, sobre la muestra presecada, etc.

Con base en los resultados analíticos puede calcularse el llamado extracto no nitrogenado, al sustraer de 100 % los porcentajes de los componentes antes mencionados.

1.2.1 Importancia de los Grupos de Nutrientes

La importancia de los grupos de nutrientes determinados por el análisis próximo, puede resumirse así:

1.2.1.1 Humedad

La determinación de humedad o volátiles a 100 °C se basa en la pérdida de peso que sufre el alimento al calentarlo a 100 °C. Este valor incluye además del agua propiamente dicha, las sustancias volátiles que acompañan al alimento.

Como en el procedimiento de secado además pueden ocurrir ciertas reacciones químicas ocasionando variaciones en peso, algunos autores recomiendan expresar el resultado de esta determinación como "cantidad de sustancia seca". El contenido acuoso exacto se puede determinar por otros procedimientos.

Estrictamente hablando no deberíamos incluir la humedad como nutriente pero, puesto que el agua está presente en todo ser vivo, su importancia como solvente para solutos polares tales como aminoácidos y electrolitos, merece situarla dentro de este grupo. En el caso de granos de cereales que deben almacenarse o de productos

farináceos, el contenido de agua es crítico pues a niveles de un 8 a 12 % se puede favorecer el crecimiento de hongos, que producen sustancias tóxicas llamadas aflatoxinas.

1.2.1.2 Extracto Etéreo o Grasa Bruta

La extracción con éter de petróleo o con éter etílico de una muestra previamente secada incluye el grupo de nutrientes llamados grasa bruta o lípidos. Este grupo incluye sustancias tales como glicéridos, fosfolípidos, esteroides, ácidos grasos libres, pigmentos carotenoides y clorofílicos y vitaminas liposolubles.

En el proceso de digestión estas sustancias son transformadas en sustancias semejantes, pero características del organismo que las ingiere, por eso se consideran precursores dietéticos.

La grasa es un componente necesario de los tejidos vivos y es esencial en la nutrición humana. Debido a que puede almacenarse y movilizarse, es el principal material de reserva corporal. Su ingesta equilibrada es también esencial para asegurar el aporte dietético de ácidos grasos esenciales y vitaminas liposolubles A, D y E (Osborne Voog, p. 18).

1.2.1.3 Proteína Bruta

Este término se aplica a gran número de compuestos nitrogenados, clasificados como alimentos plásticos. Estructuralmente son polímeros cuyas unidades básicas son amino o aminoácidos unidos por un enlace característico que recibe el nombre de enlace peptídico. La secuencia de grupos aminoácidos caracteriza a una proteína y las propiedades físicas, químicas y nutricionales dependen de la composición en aminoácidos de la molécula protéica y de la forma como se enlazan para conformar su estructura.

Los cereales y las leguminosas son fuentes ricas de proteína, que en el tracto gastrointestinal liberan aminoácidos, los cuales son resintetizados por el organismo animal para formar nuevas proteínas requeridas para el crecimiento, mantenimiento y reparación de las células del cuerpo.

Puesto que el nitrógeno representa en la mayoría de las sustancias protéicas un porcentaje relativamente constante, alrededor del 16 %, su determinación sirve como medida del contenido protéico en los alimentos. Para su determinación se utiliza el método de Kjeldhal, el cual consiste en:

a)Oxidación de la muestra con H_2SO_4 y catalizadores, durante la cual la materia orgánica se destruye y el nitrógeno se convierte en sulfato ácido de amonio según la reacción:

$$N_{2\ orgánico} \xrightarrow[\text{catalizador}]{H_2SO_4} CO_2 + NH_4HSO_4 + H_2O$$

b)Descomposición del sulfato ácido de amonio por medio de un exceso de álcali fuerte para liberar el amoniaco, el cual se recoge por destilación sobre ácido bórico.

Las reacciones que suceden son:

$$NH_4HSO_4 + 2NaOH \text{ -----> } NH_3 + Na_2SO_4 + 2H_2O$$

$$NH_4OH + H_3BO_3 \text{ -----> } NH_4H_2BO_3 + H_2O$$

c)Titulación del borato de amonio formado con solución patrón de HCl o de H_2SO_4, usando como indicadores de punto final una mezcla de rojo de metilo y azul de metileno o una mezcla de rojo de metilo y verde de bromocresol.

La reacción de titulación es:

$$NH_4H_2BO_3 + HCl \text{ -----> } NH_4Cl + H_3BO_3$$

La cantidad de proteína bruta se obtiene multiplicando el porcentaje de nitrógeno determinado, por el factor 6,25 generalmente; para la proteína de cereales se multiplica por el factor 5,7 y para la proteína de leche el factor utilizado es 6,38.

Este método así como otros como el colorimétrico en el cual se mide el derivado amoniacal formado con el fenol o con hipoclorito sódico, se basa en la medición del amoniaco formado por todo el nitrógeno presente en la muestra. por lo cual el valor obtenido no es el real a no ser que de alguna manera se elimine el nitrógeno no protéico en la preparación de la muestra. Además estos métodos dan una apreciación cuantitativa de la proteína presente mas no orientan sobre la calidad de la misma, su riqueza en aminoácidos y capacidad de asimilación, factores que determinan el valor nutricional de la proteína.

1.2.1.4 Carbohidratos

Abarca este grupo numerosos compuestos que van desde los azúcares simples mono y disacáridos como la glucosa y la sacarosa, hasta los más complejos como el almidón y la celulosa.

Mediante un procedimiento analítico sencillo no se puede determinar el gran grupo de carbohidratos puesto que está integrado por numerosas entidades químicas que carecen de una característica analítica común. Henneberg y Stohman, citados por Becker, dividieron por tanto, toda esta fracción en dos grupos: Una parte insoluble en ácidos y bases a la que llamaron "Fibra bruta" y una fracción soluble a la que denominaron "Extracto no nitrogenado".

1.2.1.4.1 Fibra Bruta

En la fracción fibra bruta se encuentran comúnmente: Celulosa, pentosanas, lignina, suberina, cutina, alginatos y pectinas.

La celulosa es un polímero lineal de unidades de anhidroglucosa unidas entre ellas por junturas glicosídicas de tipo β-1,4. El grado de polimerización es del orden de 10000 unidades por molécula. En el estado natural estas moléculas están asociadas en una estructura compleja a la vez fibrilar y cristalina, cuya organización ha dado lugar a muchas controversias.

Las hemicelulosas son heteropolisacáridos cortos, ramificados, fácilmente hidrolizables enzimáticamente. Por ejemplo las de caña de maíz contiene 70 % de xilosa, 9 % arabinosa, 14,5 % de glucosa y 5,9 % de otros. Los azúcares C_5 (xilosa y arabinosa) son mayoritarios, la glucosa siempre está presente y los otros están constituídos por los ácidos urónicos y otros azúcares en menor proporción. La hidrólisis enzimática de las hemicelulosas proporciona esencialmente pentosas no muy útiles para fermentar hasta alcohol pero útiles para la fermentación aceto-butílica.

Las ligninas son polímeros tridimensionales de origen fenólico, sintetizados por la deshidrogenación radical de tres alcoholes fenil-propenóicos: El alcohol cumarílico, el alcohol coniférílico y el alcohol sinapílico; las uniones entre moléculas basales son de diferentes tipos, muchas de las cuales no son hidrolizables. Los productos de degradación de las ligninas no son prácticamente fermentable.9

La celulosa, las hemicelulosas y las ligninas en su estado natural son prácticamente insolubles en agua. Por otra parte, la

celulosa y las hemicelulosas, que son blanco de la hidrólisis enzimática, no son directamente accesibles a las enzimas.

La lamela intermedia que separa las células vegetales unas de otras, puede encerrar hasta un 70 % de lignina, ella constituye sobre la pared vegetal una cama impermeable que impide el acceso de los agentes hidrolizantes por fuera de los poros que la atraviesan.

En la pared secundaria de la célula vegetal, en comparación la más importante, las ligninas y las hemicelulosas están estrechamente asociadas entre ellas y las fibrillas de celulosa, por diferentes tipos de uniones (fuerzas de Van der Waals, puentes de hidrógeno y uniones covalentes). El término "agentes incrustantes" empleado a veces para estos dos tipos de polímeros traduce el hecho de que ellos constituyen un cemento que envuelve las fibrillas de celulosa.

Aunque la fibra no posee un valor nutritivo apreciable, su función en el tracto intestinal es la de aumentar el volumen de las materias nutritivas y estimular el peristaltismo intestinal.

En los animales monogástricos, incluido el hombre, la mayor parte de la fibra bruta es indigerible, pues no poseen las enzimas adecuadas para degradarla convirtiéndola así en un vehículo del alimento a través del intestino.

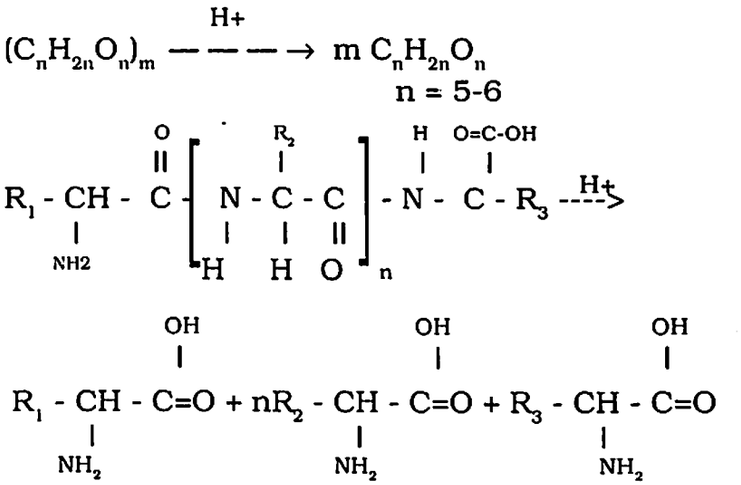
Los animales poligástricos degradan la celulosa transformándola en ácidos grasos de cadena corta, que sirven con fines energéticos. De este modo los seres humanos aprovechan por medio de la carne y productos derivados de los animales, la potencialidad de la celulosa.

El método empleado para la determinación consiste en efectuar dos digestiones. La primera con H_2SO_4 y la segunda con NaOH. La finalidad del método es la de eliminar las proteínas, carbohidratos solubles, residuos de grasas, vitaminas y otros compuestos diferentes que interfieren en su determinación. El fundamento del método es asemejar este proceso al que desempeña el organismo en su función digestiva.

En años recientes se han propuesto otros métodos que utilizan diferentes mezclas de ácidos como el de White House (acético + nítrico + tricloroacético) o el de Van Soest que utiliza una sal de amonio cuaternaria (bromuro de cetil trimetil amonio) en medio sulfúrico, para producir la hidrólisis. En las Tablas 1.1, 1.2 y 1.3 se especifican las reacciones involucradas en el análisis de fibra cruda por diferentes métodos.

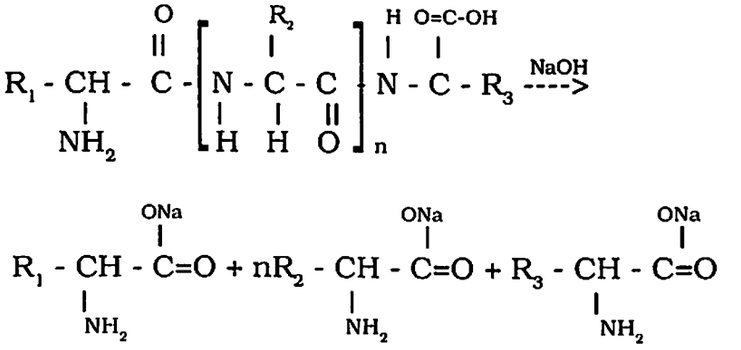
TABLA 1.1 REACCIONES INVOLUCRADAS EN EL ANALISIS DE FIBRA CRUDA POR EL METODO DE WEENDE - OFICIAL AOAC

1ª Hidrólisis ácida
a) Carbohidratos



$R_1 \neq R_2 \neq R_3$ = Radical

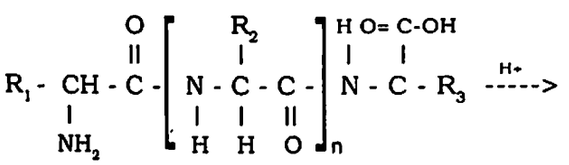
1ª Hidrólisis ácida
Proteína

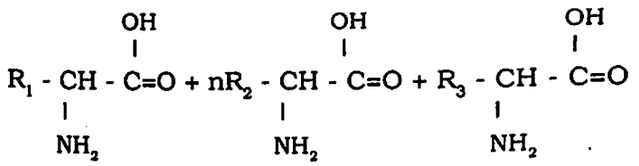


$R_1 \neq R_2 \neq R_3$ = Radical

TABLA 1.2. REACCIONES INVOLUCRADAS EN EL ANALISIS DE FIBRA CRUDA POR EL METODO DE LA MEZCLA ACIDA DE WHITE HOUSE

Proteína





$R_1 \neq R_2 \neq R_3$ = Radical

Carbohidratos $(C_nH_{2n}O_n)_m$ - - - - - → m $C_nH_{2n}O_n$

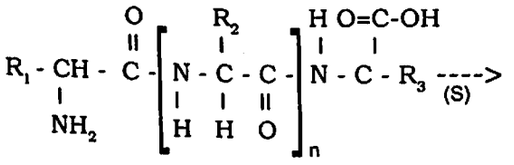
n = 5-6

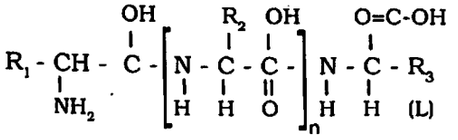
TABLA 1.3. REACCIONES INVOLUCRADAS EN EL ANALISIS DE FIBRA CRUDA POR EL METODO DE VAN SOEST

Carbohidratos $(C_nH_{2n}O_n)_m$ - - - - - $\xrightarrow{H+}$ m $C_nH_{2n}O_n$

n = 5-6

Proteínas





$R_1 \neq R_2 \neq R_3$ = Radical

1.2.1.4.2 Fibra Dietaria

En la década de los ochenta los investigadores en alimentos han enfocado su interés sobre la fracción de la fibra bruta que puede ser útil para los procesos digestivos en el tracto humano. A esta fracción se le ha dado el nombre de fibra dietaria.

En esta fracción se incluyen compuestos tales como el almidón, los polisacáridos no celulósicos, la celulosa, la lignina, la hemicelulosa y sustancias pécticas. Se han ideado numerosos métodos de determinación de las diversas fracciones que la constituyen, sin embargo hasta el momento no ha sido adoptado como oficial ninguno de ellos. Por ejemplo, Anderson en 1988, propuso que la fibra dietaria total puede calcularse conociendo las fracciones determinadas como polisacáridos no almidones totales, polisacáridos no almidones solubles, polisacáridos no celulósicos insolubles, celulosa y lignina. Algunos de los métodos propuestos combinan la acción de enzimas amilasas para digerir la fracción almidón con métodos químicos de hidrólisis ácida.

La escogencia del método que debe seguirse depende de la información detallada que se persiga sobre la composición de esta fracción. Los métodos gravimétricos enzimáticos son capaces de medir la fibra total así como los componentes solubles en agua y los insolubles en agua separadamente.

Los métodos por cromatografía gas-líquido dan la información más detallada sobre la composición de azúcares pero son los que necesitan más tiempo. Además, los ácidos urónicos pueden determinarse separadamente con métodos colorimétricos o descarboxilación y la lignina como residuo ácido insoluble. Métodos colorimétricos combinados con hidrólisis ácida diferencial aún dan camino simple para hacer una caracterización burda de la fibra dietaria y pueden corregirse mutuas interferencias especialmente cuando se usa un método gravimétrico enzimático como etapa preparativa.

En la bibliografía se consignan algunas referencias de utilidad para quien esté interesado en el tema.

1.2.4.3 Extracto No Nitrogenado

En esta fracción se agrupan mono y disacáridos, la parte soluble de la celulosa, pentosanas y lignina, las hemicelulosas, el almidón, la inulina y toda clase de azúcares, materias pécticas, ácidos orgánicos y otras materias solubles libres de nitrógeno, constituyendo así la fracción más valiosa del alimento.

El almidón El almidón de origen vegetal y de gran importancia en la bioindustria, es un polisacárido formado por un monómero único, la glucosa. El almidón de maíz está compuesto por un 27 % de amilosa y el resto por amilopectina. La amilosa es un polímero lineal de estructura helicoidal formado por el encadenamiento de moléculas de glucosa con uniones -1,4 (ver Figura No.1.1). Constituye la porción interna del grano.

Su grado de polimerización es aproximadamente igual a 1000 unidades de glucosa que forman largas cadenas. Por acción de la ß-amilasa se desdobla totalmente originando maltosa. En presencia de solución de yodo produce color azul que desaparece por calentamiento.

La amilopectina es un polímero heterogéneo de estructura ramificada con uniones 1,4 y ramificaciones -1,6. Su grado de polimerización es aproximadamente igual a 40.000 unidades de glucosa. (ver Figura No.1.2).

Constituye la porción más externa del gránulo. Por acción de la ß-amilasa solo desdobla del 55 al 60 % de su molécula para dar origen a maltosa, porque esta enzima no desdobla las uniones 1,6 de las moléculas de glucosa, quedando, por consiguiente, una dextrina de elevado peso molecular. No tiene estructura microcristalina. En presencia de solución de yodo da una coloración rojo-violeta.

El porcentaje de extractivos no nitrogenados se determina por cálculo como ya se explicó, restando de 100 los porcentajes de humedad, grasa, fibra, cenizas y proteína o también, si se ha calculado el porcentaje de materia seca, se resta de este las cantidades correspondientes a los contenidos de grasa, fibra, cenizas y proteínas expresados todos como porcentajes.

Este procedimiento está afectado por las inexactitudes propias de la determinación analítica de los otros componentes, por eso sus resultados son relativamente aproximados.

Los granos de cereales son especialmente ricos en esta fracción, constituida particularmente por almidón. Los pastos secos y otros alimentos voluminosas son los más pobres en extractivos no nitrogenados y una parte de ellos consiste en hemicelulosas y la parte soluble de celulosa y pentosanas. Por consiguiente, el extracto no nitrogenado de los alimentos voluminosos es menos nutritivo que el de los granos.

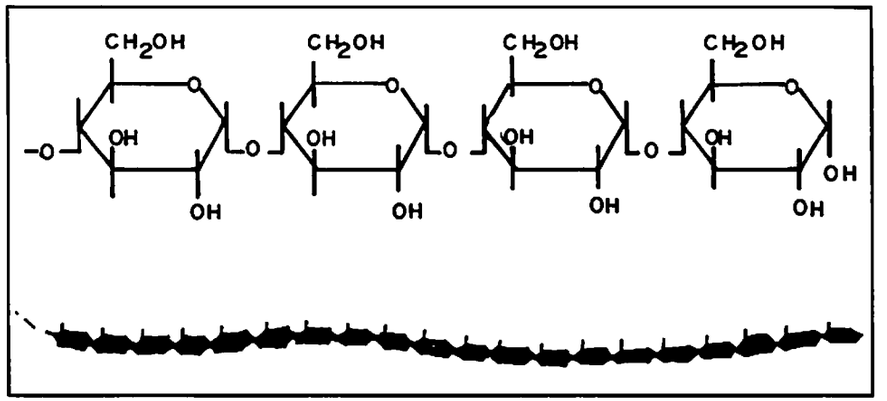


Figura 1.1. *Molécula de Amilosa*

1.2.1.5 Cenizas o Material Mineral

La naturaleza y calidad de las variadas combinaciones minerales se encuentran en las plantas alimentarias, son difíciles de determinar aun cuando el resultado de la incineración del material permite una orientación sobre su cantidad aproximada, puesto que en el proceso cambia la naturaleza de las combinaciones originales debido a la destrucción de la materia orgánica. En general las cenizas se componen de carbonatos originados en la materia orgánica y no propiamente de la muestra.

La determinación debe hacerse aumentando progresivamente la temperatura del horno, hasta alcanzar el rojo oscuro (± 500 °C). No se debe dejar pasar de esta temperatura pues se podrían descomponer los carbonatos presentes y se volatilizarían otras sustancias como los compuestos de fósforo, produciendo así resultados erróneos. Otra forma de destruir la materia orgánica es por oxidación húmeda, con ácido nítrico o sulfúrico concentrados.

Es más importante el análisis del contenido de algunos elementos en las cenizas que el porcentaje de esta, el cual puede más bien dar idea del contenido de sustancia orgánica, por diferencia y encierra desgraciadamente muchas causas de error.

El análisis de las cenizas debe estar enfocado a la determinación de calcio, fósforo, potasio, manganeso y hierro y demás elementos que tienen significado en alimentación animal y humana.

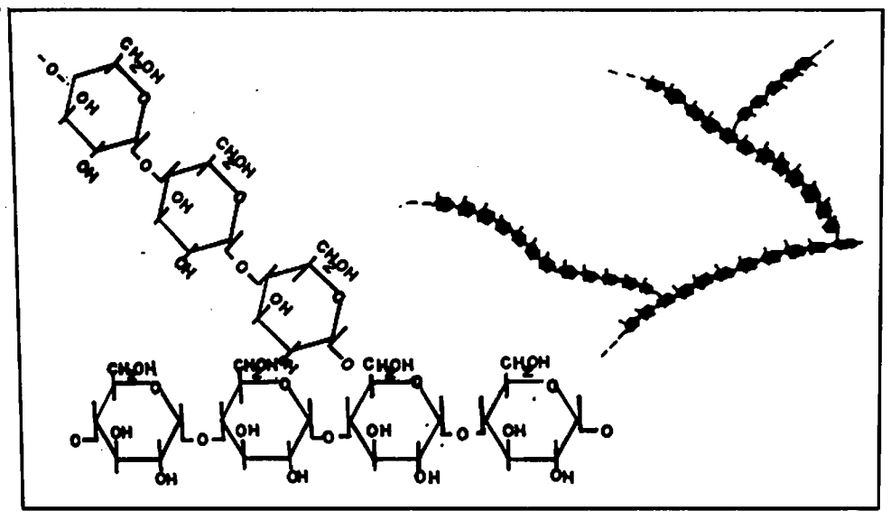


Figura 1.2. Molécula de amilopectina

Los elementos presentes pueden determinarse por numerosos métodos. El método propuesto en esta obra comprende la incineración de la muestra y la solubilización de las cenizas con ácido clorhídrico para formar los cloruros respectivos, los cuales pueden valorarse finalmente, por métodos volumétricos, colorimétricos o por absorción atómica.

En la Guía de Laboratorio se propone la determinación de calcio por permanganometría, cuyas consideraciones teóricas son las siguientes:

Al calcinar la muestra de la harina para obtener las cenizas, el compuesto de calcio, contenido en el alimento, se transforma en carbonato de calcio $CaCO_3$.

Al tratar las cenizas con ácido clorhídrico se produce la siguiente reacción:

$$CaCO_3 + HCl \text{ ----> } CaCl_2 + H_2O + CO_2$$

Al agregar el oxalato de amonio a la solución que contiene el calcio, el oxalato de calcio precipita, en un medio amoniacal. El medio debe ser alcalino para que precipite el calcio completamente. Además,

el reactivo se debe añadir lentamente y agitando, con el fin de obtener cristales grandes y facilitar la filtración y el lavado.

$$CaCl_2 + (NH_4)_2C_2O_4 \text{ ----> } CaC_2O_4 + 2NH_4Cl$$

Es necesario dejar "madurar" este precipitado, durante por lo menos 30 minutos, en un lugar caliente. El precipitado debe lavarse varias veces para eliminar el exceso de oxalato.

Al tratar el precipitado con ácido sulfúrico se pone en libertad el ácido oxálico:

$$CaC_2O_4 + H_2SO_4 \text{ ----> } H_2C_2O_4 + CaSO_4$$

el cual se valora en caliente con la solución de permanganato de potasio. La reacción en caliente tiene como fin acelerar la reacción.

Las semirreacciones involucradas en esta reacción son:

$$C_2O_4^{-2} \quad -2e^- \text{ ----> } 2CO_2$$

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \text{ ----> } Mn^{+2} + 4H_2O$$

Como un mol de oxalato equivale a un átomo de calcio y, en la oxidación del oxalato se liberan 2 electrones, el peso equivalente del oxalato será PM/2 y el del calcio será P. at./2

Interferencias Todos los metales, con excepción de los alcalinos, forman oxalatos insolubles y, por lo tanto, interfieren en la valoración. Sin embargo, en el caso del magnesio, el oxalato no se forma si está presente el cloruro de amonio.

1.2.2 Digestibilidad

Como ya se dijo, los principios nutritivos aportados por el alimento no son aprovechados en su totalidad por el organismo y parte de ellos se encuentran posteriormente en las heces. A la parte que aprovecha el organismo se le conoce como principio digestible. Se llama coeficiente de digestibilidad de un elemento nutritivo, el porcentaje medio de cada elemento digestible existente en el alimento. Además las diferentes clases de organismos varían algo en su capacidad para digerir cualquier alimento dado. Por esta razón, cuando se calculan los elementos nutritivos digestibles como base para una ración equilibrada, es indispensable emplear coeficientes medios de digestión, calculados en base a muchos ensayos y consignados en tablas.

En general, el extracto no nitrogenado de los alimentos es un poco más digestible que la proteína y la grasa y mucho más digestible que la fibra. La porción de la fibra que es asimilada por el organismo recibe el nombre de "fibra dietaria".

Para determinar los porcentajes de elementos nutritivos digestibles de cualquier producto alimenticio, se multiplica el porcentaje de cada elemento nutritivo por el coeficiente de digestión de ese elemento.

1.2.3.Valor Calórico

Los nutrientes deben proveer al organismo de la energía necesaria para mantener su temperatura corporal y para el funcionamiento mecánico de todos sus órganos y miembros, por lo que se acostumbra a medir el valor nutritivo de los alimentos en términos de kilocalorías o en kilojulios equivalentes del calor (1 kcal = 4,18 kilojulios).

La cantidad de energía, que obtiene el organismo del alimento, es menor que la producida cuando el mismo alimento se quema en un calorímetro, porque el alimento no es totalmente asimilado por el organismo. Por ejemplo 1 gramo de proteína en un calorímetro libera 5,6 kilocalorías mientras que en el cuerpo la energía disponible es de solo 4 kcal por gramo. De forma similar los valores calóricos de la grasa y del almidón, medidos mediante técnicas físicas son de 9,4 y 4,2 kcal por gramo respectivamente, mientras que sus valores energéticos fisiológicos son de 9,0 y 4,0 kcal respectivamente.

El contenido en calorías de un alimento se hace multiplicando sus contenidos porcentuales de grasa, proteína y extractivos no nitrogenados, por los factores calculados teóricamente así:

Grasa % x 9	Kilocalorías/100 g
Proteína bruta x 4	Kilocalorías/100 g
E.N.N. x 4	Kilocalorías/100 g

Otra forma de expresión del valor calórico según M. Becker es la energía digestible, definida como la diferencia entre el calor de combustión del alimento y el calor de combustión de las heces y energía neta o energía útil para la producción y el mantenimiento.

1.2.3.1.Unidades de Energía

La fórmula de expresión de la energía neta era la conocida con el nombre de "valor almidón", en la cual el valor nutritivo total del

alimento se comparaba con la energía neta del almidón puro digestible que se utilizaba como unidad. Kellner calculó el valor almidón de cada uno de los principios inmediatos digestibles así: (M. Becker, p. 175).

TABLA 1.4 FACTORES DE VALOR DE ALMIDON PARA LOS PRINCIPIOS INMEDIATOS DIGESTIBLES

Proteína digestible	0,94
Fibra bruta digestible	1,00
Extracto no nitrogenado digestible	1,00
Grasa bruta proveniente de tortas	2,41
Grasa bruta proveniente de cereales	2,12
Grasa bruta proveniente de piensos, forrajes	1,91

También puede utilizarse directamente la cifra de calorías netas y puesto que su determinación experimental se realiza por medio de la acumulación de grasa en el organismo, se les denomina "calorías netas para la producción de grasa" (NKF = Netto Kalorien Fettansatz). El cálculo para el valor nutritivo para una harina de soya, por ejemplo, se efectúa según Kellner, (nombrada por Becker) así:

Valor determinado experimentalmente	x	Digestibilidad %	=	Valor Digestible

Valor digestible x F. valor almidón = Energía(kcal)/100g

	%	Digest %		%
Proteína bruta	45.4	93	Prot. Digestible	42.2
Grasa bruta	1.1	54	Grasa Digestible	0.6
Fibra bruta	6.0	64	Fibra Digestible	3.8
E.N.N.	30.1	93	E.N.N.Digestible	28.0
		x Valor almidón	=	Energía
Prot. Digestible	42.2	x 0.94		39.7
Grasa Digest.	0.6	x 2.41		1.4
Fibra Digest.	8.8	x 1.00		3.8
E.N.N. Digest	28.0	x 1.06		28.0
		Total		72.9

Si se utiliza para los cálculos el NKF hay que tener en cuenta que un gramo de almidón digestible alcanza un valor de 2.356 NKF.

Existe además un sistema propuesto por Armsby, análogo a los anteriores pero que tiene como unidad la suma de 1000 calorías netas = 1 Therm. (M. Becker, 1971).

El problema de cálculo puede presentar además otras variables por lo que se aconseja consultar en casos específicos obras dedicadas al tema.

1.3 ALIMENTOS CONCENTRADOS

1.3.1 Introducción

Los alimentos concentrados son suplementos preparados comercialmente, que poseen concentraciones de proteína, grasa, minerales y vitaminas superiores a las normales encontradas en los alimentos básicos.

La significación económica de la producción animal ha aumentado extraordinariamente en los últimos decenios. La carne, la leche, la mantequilla, el queso, los huevos, etc, son apreciados cada vez más como alimentos de gran valor biológico y producidos en gran escala convirtiendo los organismos animales en verdaderas fábricas de nutrientes para el hombre. Evidentemente, la obtención de tales materiales requiere una alimentación cuidadosamente equilibrada de los animales productores y es por ello por lo que el conocimiento exacto del valor nutritivo, calidad y composición de los piensos y forrajes, es de importancia decisiva.

El fin primordial del análisis de piensos y forrajes radica en lograr datos para una caracterización y valoración de los materiales nutritivos para fines prácticos, es decir, para la alimentación racional de los animales de granja.

Para entender la ciencia de la alimentación y de la nutrición animal es necesario el conocimiento de la composición química de la constitución de los animales, para comprender sus necesidades alimenticias y se requiere además un conocimiento análogo sobre las sustancias que contienen las plantas, puesto que estas proporcionan la mayor parte del alimento que consumen.

En general los componentes de los piensos y forrajes pueden clasificarse así:

a) Portadores de energía: Carbohidratos (almidón, azúcar, celulosa, hemicelulosas, etc), grasas, proteína en exceso.

b) Sustancias estructurales:

1.Elementos plásticos

I Orgánicos: Proteína, aminoácidos esenciales, ácidos grasos esenciales.

II Inorgánicos: Agua, compuestos de calcio, magnesio, fósforo, potasio, sodio, cloro, hierro, azufre.

2. Biocatalizadores

I Del organismo: Fermentos y hormonas.

II De la alimentación: Vitaminas, compuestos inorgánicos de los oligoelementos.

c) Otros componentes: Lignina, suberina, cutina, ceras, especias, aceites esenciales, colorantes, alcaloides, glucósidos, sustancias amargas, taninos y otros.

La composición química del cuerpo de los animales varía mucho según la clase, edad y grado de gordura. En general se ha podido establecer que, por ejemplo para el ganado vacuno, la proporción de agua disminuye progresivamente a medida que el animal se hace adulto y engorda; el porcentaje de proteína queda normalmente constante durante el crecimiento pero disminuye a medida que el animal engorda. El porcentaje de grasa aumenta gradualmente durante el crecimiento y más rápidamente durante el engorde y el porcentaje de materia mineral disminuye a medida que el animal engorda.

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas en su documento No. 699, fija las especificaciones generales que deben cumplir estos productos con relación a los contenidos de fibra cruda, humedad, cenizas y contenido de elementos minerales. Posteriormente en la Norma 2611 se especifican los requerimientos que debe cumplir el alimento completo para aves de postura y para pollos de engorde como se muestra en las Tablas 1.5 y 1.6 y en la Norma 1839 se fijan dichos requisitos para el alimento completo para cerdos. (Ver Tabla 1.3).

TABLA 1.5 REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR EL ALIMENTO COMPLETO PARA POLLOS DE ENGORDE

Requisitos	Iniciación		Engorde		Finalización	
	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%
Proteína	14,0	-	14,0	-	14,0	-
Grasa	2,5	-	-	-	2,5	-
Fibra	-	6,0	-	6,0	-	8,0
Cenizas	-	10.0	-	15,0	-	12,0
Humedad	-	13,0	-	13,0	-	13,0
Calcio	2,5	-	3,0	-	-	-
Fósforo	0,8	-	0,6	-	-	-

TABLA 1.6 REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR EL ALIMENTO COMPLETO PARA AVES DE POSTURA

Requisitos	Iniciación		Engorde		Finalización	
	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%
Proteína	18,0	-	14,0	-	12,0	-
Grasa	3.0	-	2.5	-	2,5	-
Fibra	-	6,0	-	8,0	-	8,0
Cenizas	-	8.0	-	8,0	-	8,0
Humedad	-	13,0	-	13,0	-	13,0
Calcio	1.0	-	1,0	-	1.0	-
Fósforo	0,8	-	0,8	-	0.8	-

TABLA 1.6 REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR EL ALIMENTO COMPLETO PARA AVES DE POSTURA (Continuación)

Requisitos	Prepostura		postura		Reproducción	
	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%	Mín.%	Max.%
Proteína	14,0	-	14,0	-	14,0	-
Grasa	2,5	-	-	-	2,5	-
Fibra	-	6,0	-	6,0	-	8,0
Cenizas	-	10.0	-	15,0	-	12,0
Humedad	-	13,0	-	13,0	-	13,0
Calcio	2,5	-	3,0	-	-	-
Fósforo	0,8	-	0,6	-	-	-

TABLA 1.7 REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR EL ALIMENTO COMPLETO PARA CERDOS

Requisitos	Proteína		Grasa		Fibra		Cenizas		Calcio		Fósforo	
	Mín.%		Max.%		Mín.%		Max.%		Mín.%		Max.%	
Preinic.	22,0		3,0		-		10,0		0,8		0,6	
Iniciación	19,0		3,0		-		10,0		0,7		0,6	
Levante	16,0		3,0		7,0		9,0		0,6		0,5	
Engorde o Ceba	14,0		3.0		8,0		9,0		0,6		0,5	
Gestación	12,0		3,0		12,0		9,0		0,75		0,6	
Lactancia	14,0		3,0		8,0		9,0		0,75		0,6	
Reproduc	14,0		3,0		8,0		9,6		0,75		0,6	
Terminado o Finaliz.	12,5		3,0		8,0		9,0		0,75		0,6	

Nota:Para todos los casos Humedad máxima 13 %.

Sal: Mínimo 0,35 % y Máximo 0,5 %1.3.2 Definiciones

1.3.2 Definiciones

Al estudiar la alimentación del ganado es necesario fijar claramente lo que se entiende para los siguirntes términos.

El término *nutritivo* se aplica a todo constituyente o grupo de constituyentes alimenticios, de la misma composición química general, que ayudan al mantenimiento de la vida animal. La proteína cruda, los hidratos de carbono y la grasa constituyen generalmente clases reconocidas de elementos nutritivos, aunque el aire, el agua, las materias minerales y las vitaminas pueden así mismo recibir esta denominación.

El término elemento nutritivo *digestible* indica la porción de cada elemento nutritivo que puede ser digerida y asimilada por el cuerpo.

Una *ración* es el alimento suministrado a un animal durante un período de 24 horas, ya sea que se le dé de una vez o repartido en porciones.

Ración equilibrada es la que proporciona o contiene los diversos elementos nutritivos, en proporciones y cantidades tales que alimentará en la forma apropiada al animal durante las 24 horas.

Forrajes. Pastos y plantas verdes que se utilizan húmedas para la alimentación animal.

Piensos. Porción de forraje seco que se suministra a los animales como una ración concentrada.

Según la etapa de crecimiento y producción del animal sus requerimientos nutritivos varían así por ejemplo para los alimentos para cerdos, según la variación de peso, se encuentran formulaciones para iniciación, levante, engorde y ceba de lechones o finalización, reproducción y lactancia para cerdos adultos.

En forma semejante para aves, ya sean pollitos destinados al engorde y producción de carne, habrá unos requerimientos distintos que para las pollitas destinadas a producción de huevos o para las gallinas en su etapa de prepostura y postura. El Instituto Colombiano de Normas Técnicas en sus documentos 1839 y 2107 fijan dichos requisitos para la comercialización de estos productos en el territorio nacional.

1.3.3 Proceso de Obtención de Alimentos Concentrados

El proceso de fabricación de alimentos concentrados es muy sencillo y tiende a obtener mezclas homogéneas y estables de fácil almacenamiento y distribución.

1.3.3.1 Materias primas

En Colombia las materias primas son:

a) Granos: sorgo, maiz, cebada, arroz con cáscara, soya, millo, etc.

b) Tortas o subproductos de extracción de aceites: algodón, palma africana, coco, soya, ajonjolí.

c) Harinas: arroz, ostras, alfalfa, harina de pescado, harina de sangre, harina de avena y harina de subproductos de matadero.

d) Subproductos: Del Trigo: mogolla, salvado; del arroz: pica, salvado; del maiz: harina zootécnica.

e) Minerales: harina de huesos, carbonato de calcio, bifosfato de calcio, óxido de hierro, cloruro de sodio, sulfato de manganeso, sulfato de cinc, yoduro de potasio, urea.

f) Melaza de caña

g) Vitaminas y Drogas: A, B_{12}, Riboflavina, Pantotenato de calcio, tiamina, colina y otros.

Recibido el cargamento en la fábrica, se comprueba su calidad determinando en cada caso una variable, por ejemplo porcentaje de proteína para tortas, o porcentaje de azúcares en melaza.

Según el alimento que se va a producir se plantea su fórmula.

1.3.3.2 Formulación

Generalmente el zootecnista formula los requerimientos calóricos y contenidos mínimos de proteína y grasa y máximo de fibra cruda que deben suministrarse a un determinado animal para lograr el efecto deseado. En las Tablas de alimentos se encuentran, generalmente, listados los análisis para la mayoría de los materiales comunmente usados para la producción de concentrados lo cual orienta a la industria para buscar en el mercado los productos que necesita. Estos productos se someten en la industria a análisis de control de materias primas. Surgen los interrogantes: ¿Qué significan estos números? ¿Cómo se usan? ¿Cómo se interpretan los resultados de los cálculos con el fin de llegar al análisis de garantía? ¿Pueden formularse varias

garantías?. Al calcular el contenido de nutrientes se responde a estas preguntas y algunas otras.

Calculando así el contenido calórico para cada materia prima y conociendo el requerimiento calórico del animal, se puede programar la mezcla que debe usarse.

Generalmente se completa la mezcla con fuentes de minerales y vitaminas cuya necesidad ha sido previamente estudiada en cada caso.

Un ejemplo: En una empresa de alimentos concentrados se requiere un alimento que cumpla con los siguientes requisitos:

Kcalorías por 100 g	350
Proteína cruda	13 % mínimo
Grasa	3,5 % mínimo
Fibra	2,5 % máximo

A simple vista se ve que el mayor contenido calórico debería ser suministrado por carbohidratos solubles, de los considerados dentro del E.N.N es decir almidones.

En el mercado se ofrecen a buenos precios maíz, avena y torta de soya. Al analizarlos en el laboratorio presentan los siguientes análisis próximos en base seca (Resultados promedio).

Maíz Amarillo	%
Proteína bruta	8,8
Grasa	3,5
Cenizas	2,0
Fibra	2,5
E.N.N.	83,2

Avena	
Proteína bruta	12,0
Grasa	4,5
Fibra	1,5
Cenizas	12,0
E.N.N.	70,0
Torta de soya	
Proteína bruta	40,0
Grasa	1,0
Fibra	6,0
Cenizas	2,0
E.N.N	51,0

Considerando como factores los requisitos en contenido de proteína, grasa y fibra, se pueden establecer las siguientes ecuaciones, denominando: X = Maíz; Y = Avena ; Z = Torta de soya.

$2{,}5\,X + 1{,}5\,Y + 6{,}0\,Z = 2{,}5$ % máximo de fibra cruda

$8{,}8\,X + 12\,Y + 40\,Z = 13$ % mínimo de proteína

$3{,}5\,X + 4{,}5\,Y + Z = 3{,}5$ mínimo de grasa

Al resolver estas ecuaciones, correspondientes al balance de masa, se obtiene los siguientes valores para las incógnitas:

$X = 0{,}5492\ Y = 0{,}3210\ Z = 0{,}1242$

Quiere decir esto que una mezcla de 55 % de maíz, 32 % de avena y 12 % de torta de soya cumpliría los requisitos propuestos para este alimento.

En la actualidad se han desarrollado programas de computador como el propuesto por Pizza y Quitián (1977), mediante los cuales se

pueden obtener varias formulaciones que suministran la misma energía metabolizable dentro de una composición alimenticia semejante y dentro de un límite que el usuario podrá elegir según sus propios criterios y necesidades industriales, teniendo en cuenta el costo y las exigencias para cada caso.

Otro ejemplo sería el siguiente:

Un dueño de una fábrica de alimentos concentrados quiere mezclar maíz, avena y torta de soya. Al pesar el grano tiene 560 kg de maíz y 160 kg de avena. A estos granos molidos y mezclados les quiere agregar 100 kg de torta de soya. Quiere entonces conocer cuanta proteína, grasa y fibra tiene su mezcla.

Del análisis de las materias primas tenemos los datos siguientes en base seca.

Maíz amarillo

Proteína total	8,8 %
Grasa	3,9 %
Fibra menor de	2,5 %

Esto significa que cada 100 kg de maíz contiene 8,8 kg de proteína, 3,9 kg de grasa y menos de 2,5 kg de fibra cruda. Como en la mezcla hay 560 kg de maíz, tendremos que su aporte al producto final será:

Proteína total	8,8 x 5,6 = 49,3 kg
Grasa	3,9 x 5,6 = 21,8 kg
Fibra cruda	2,5 x 5,6 = 14 kg

Para la avena tenemos los resultados de análisis así:

Proteína total	12,0 %
Grasa	4,5 %
Fibra	12,0 %

Hay 160 kg de avena en la mezcla, su aporte será:

Proteína total	12 x 1,6 = 19,2 kg
Grasa	4,5 x 1,6 = 7,2 kg
Fibra cruda	2 x 1,6 = 19,2 kg

El análisis de la torta de soya fue el siguiente:

Proteína total	44,0 %
Grasa	0,9 %
Fibra	6,5 %

Puesto que hay 100 kg, su aporte a la mezcla será el mismo expresado en kg.

Resumiendo los aportes en los 820 kg de mezcla:

	Proteínas	Grasa	Fibra Cruda
	kg	kg	kg
Maíz	49,3	21,8	14,2
Avena	19,2	7,2	19,2
Torta de soya	44,0	0,9	6,5
Total	112,5	29,9	39,7

Así podemos calcular en 100 kg de la mezcla como están repartidos los nutrientes; los valores en porcentaje serán:

Proteína	13,7 %
Grasa	3,6 %
Fibra	4,8 %

Una garantía segura para esta mezcla se expresaría así:

Proteína cruda no menos de	13,5 %
Grasa cruda no menos de	3,5 %
Fibra cruda no más de	5,0 %

Otro ejemplo: Se tiene el caso de un alimento para cerdos que contiene 42 % de proteína, 2,5 % de grasa, 6,5 % de fibra, de 3 a 3,5 % de calcio, 1,6 % de fósforo y entre 1,5 y 2,5 % de NaCl y el cual debe mezclarse con granos para balancear la fórmula en las siguientes proporciones: 400 lb de este alimento se mezclan con 400 lb de avena molida y 1.200 lb de maíz amarillo para obtener un alimento de 16 % de proteína. Peso total de la mezcla 2.000 lb. ¿Cuál sería su nueva garantía?

Aporte del maíz = 60 %

	%
Proteína	8,8 x 0,6 = 5,28
Grasa	3,9 x 0,6 = 2,34
Fibra	2,5 x 0,6 = 1,50
Calcio	0,03 x 0,6 = 0,018
Fósforo	0,27 x 0,6 = 0,162

Aporte de la avena = 20 %

Proteína	12 x 0,2 = 2,40
Grasa	4,5 x 0,2 = 0,90
Fibra	12 x 0,2 = 2,40
Calcio	0,1 x 0,2 = 0,02
Fósforo	0,35 x 0,2 = 0,07

Aporte del concentrado = 20 %

	%
Proteína	42 x 0,2 = 8,4
Grasa	2,5 x 0,2 = 0,50
Fibra	6,5 x 0,2 = 1,30
Calcio	3,2 x 0,2 = 0,64
Fósforo	1,6 x 0,2 = 0,32
NaCl	2,0 x 0,2 = 0,40

Sumando los aportes de todos se tiene en las 2.000 lb :

Proteína	16,08 %
Grasa	3,74 %
Fibra	5,20 %
Calcio	0,858 %
Fósforo	1,182 %

La garantía sería:

Proteína cruda Min.	16,0 %
Grasa Mín.	3,5 %
Fibra Máx.	5,5 %

1.3.3.3. Terminado

Cada materia prima se almacena en un silo diferente, el cual está comunicado directamente al mezclador. Se añaden las cantidades pesadas de las diferentes materias primas secas y se mezclan cuidadosamente. Como material aglutinante se utiliza generalmente la melaza de caña, la cual debe añadirse también debidamente dosificada. Después de un tiempo prudencial de mezcla, se somete a secado y se procede a darle la forma de pastillas o de gránulos según sea más conveniente para el animal al cual se va a suministrar. Pasa luego a la empacadora y de ahí a los almacenes de distribución. Se toma aquí otra muestra para el control del producto terminado.

1.4 CEREALES, LEGUMINOSAS Y OTRAS FARINACEAS

1.4.1 Introducción

Desde tiempos remotos los cereales han constituido la base alimenticia del hombre y de los animales. Se sabe que mucho antes de la era cristiana, los romanos celebraban fiestas durante la época de siembra y recolección, en honor de la diosa Ceres a la que agradecían la producción de los granos y en las cuales hacían ofrendas, principalmente de trigo y de cebada, llamadas "cerealia munera" o dones de Ceres, de donde se deriva su nombre.

Los cereales principales son el trigo, el maíz, la avena, el arroz, el centeno y la cebada, pertenecientes todos a la familia de las gramíneas. Otras como el sorgo, los mijos y la quinoa o quinua, que no se consideran botánicamente como cereales, son utilizados por algunos sectores de la población y su uso para alimento humano es menos conocido mundialmente.

La familia de las gramíneas se caracteriza por presentar un fruto llamado cariópside en el cual la envoltura de la semilla se fusiona con la del ovario para formar los cascabellos o raspas (Botánica económica).

En la Figura 1.3 se muestra la estructura de los granos de trigo, maíz, arroz, avena y cebada.

En general podemos observar que los diferentes nutrientes están concentrados en determinadas partes del grano, cumpliendo además funciones específicas de la semilla, para conservar la vida de la futura planta así:

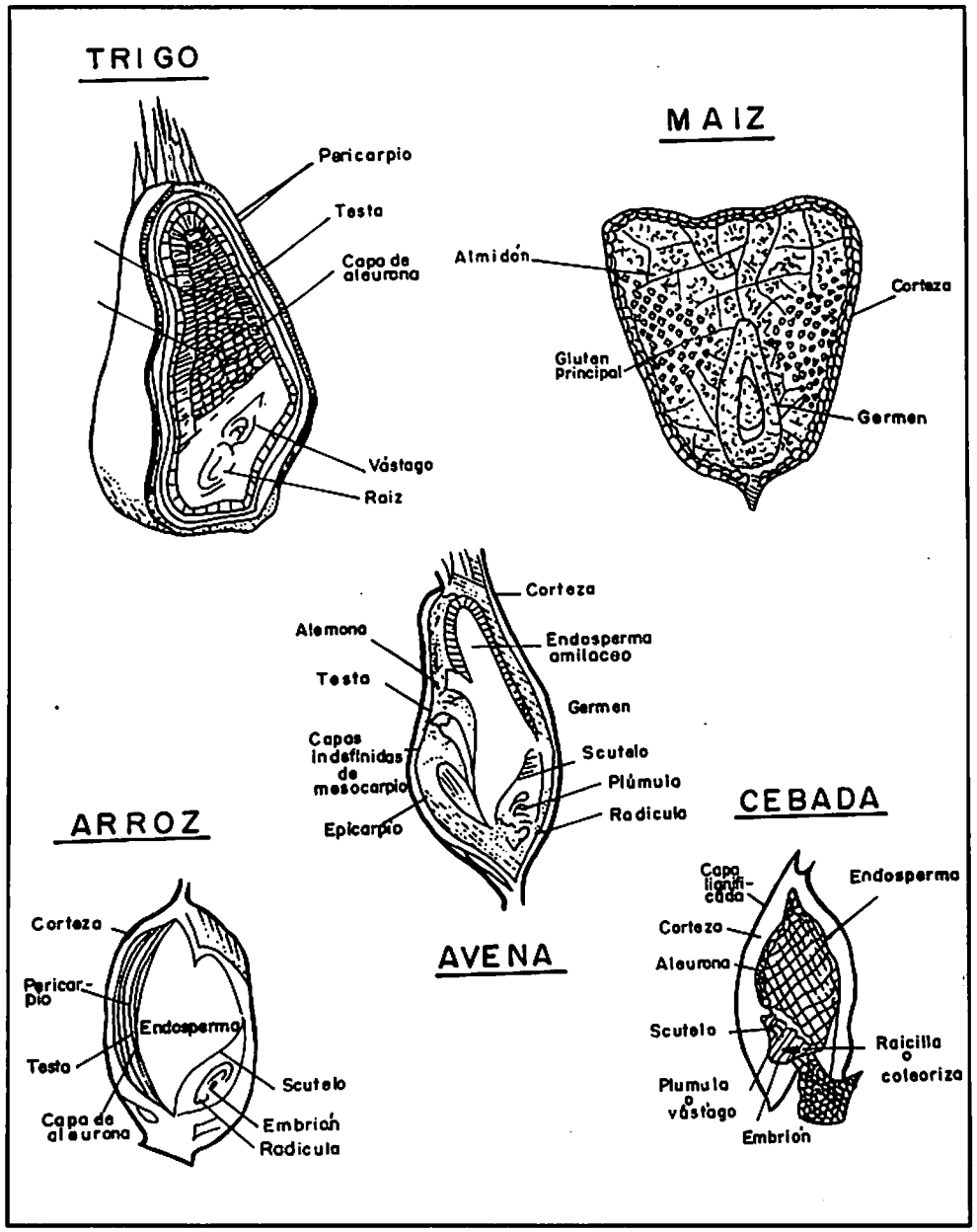


Figura 1.3. *Estructura de los granos de trigo, maíz, arroz, avena y cebada*

La cubierta, corteza o tegumentos externos constan de estructuras fuertes ricas en el grupo llamado fibra cruda y conteniendo algunos compuestos de carácter mineral. En el germen podemos distinguir la plúmula, vástago o epicotilo que al germinar va a proyectarse en la superficie y la raicilla, radicula o coleoriza que formará la raíz. Estas estructuras que conjuntamente forman el embrión son ricas en proteína, que forma el protoplasma vivo y generalmente está protegida por una membrana fibrosa llamada escutelo y por tejidos protectores ricos en sustancias grasas. El endosperma que ocupa generalmente la parte más voluminosa del grano es rico en sustancias comprendidas dentro de lo que se llama comunmente extracto no nitrogenado, es decir, almidones y azúcares y sustancias de tipo protéico como el gluten que actúan como reserva nutricional del germen para sus primeras etapas de crecimiento. Está envuelto por una capa también de naturaleza protéica llamada capa de aleurona.

1.4.2 Principales Cereales

El trigo es una graminea anual del genero Triticum, que comprende un número considerable de especies silvestres y cultivadas. Su grano maduro se dispone en espigas en forma espiral. Es la fuente principal de la harina panificable en todo el mundo, debido a la presencia en ella de sustancias proteicas y amiláceas que tienen la propiedad de hincharse con el agua para formar unas masa elástica y plástica. A estas sustancias se les da el nombre de "gluten".

En general del género Triticum se conocen las variedades "vulgare" y "durum"; este último produce una harina muy apreciada para la fabricación de pastas; del tipo "vulgare" se encuentran dos tipos con diferente comportamiento durante la molienda; duros y blandos. Los duros presentan un gluten fuerte apto para la producción del pan y los blandos que tienen un gluten débil se aplican a galletería.

Las proteínas denominadas glutelinas y prolaminas constituyen la mayor parte de la fracción protéica en los granos de cereales y se sintetizan en ellos en su período final de maduración. Otros cereales de uso extendido son el maíz, la avena, el arroz, el sorgo y la cebada, los cuales constituyen en muchas partes del mundo, la única fuente de proteína y el aporte calórico fundamental en la alimentación humana. Por esta razón se está tratando de mejorar la calidad protéica de algunos de estos granos, por cruzamientos genéticos, con lo que se ha logrado la producción por ejemplo, de un mutante del maíz, llamado "opaco 2" rico en dos aminoácidos esenciales; lisina y triptofano y del "tritical" híbrido del trigo y el centeno y rico en lisina.

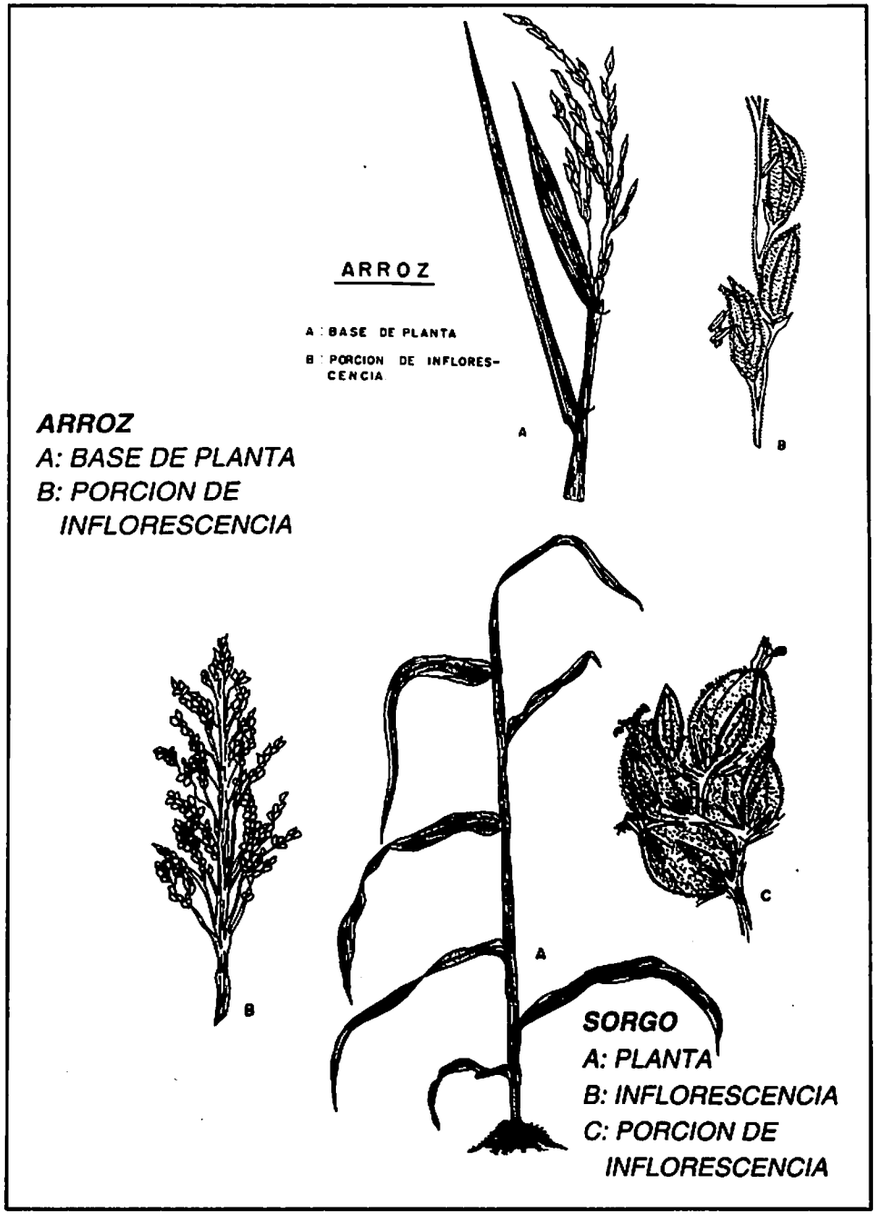


Figura 1.4 Plantas de arroz y sorgo

El maíz es el cereal que presenta mayor diversidad de usos; su grano es muy nutritivo, con un elevado porcentaje de carbohidratos fácilmente digeribles, grasas y proteínas. En nuestro país se consume como base de sopas, semitrillado en forma de "cuchuco", en forma de arepas obtenidas con harinas precocidas o con granos pelados y cocidos en casa. Su almidón se utiliza en numerosas preparaciones

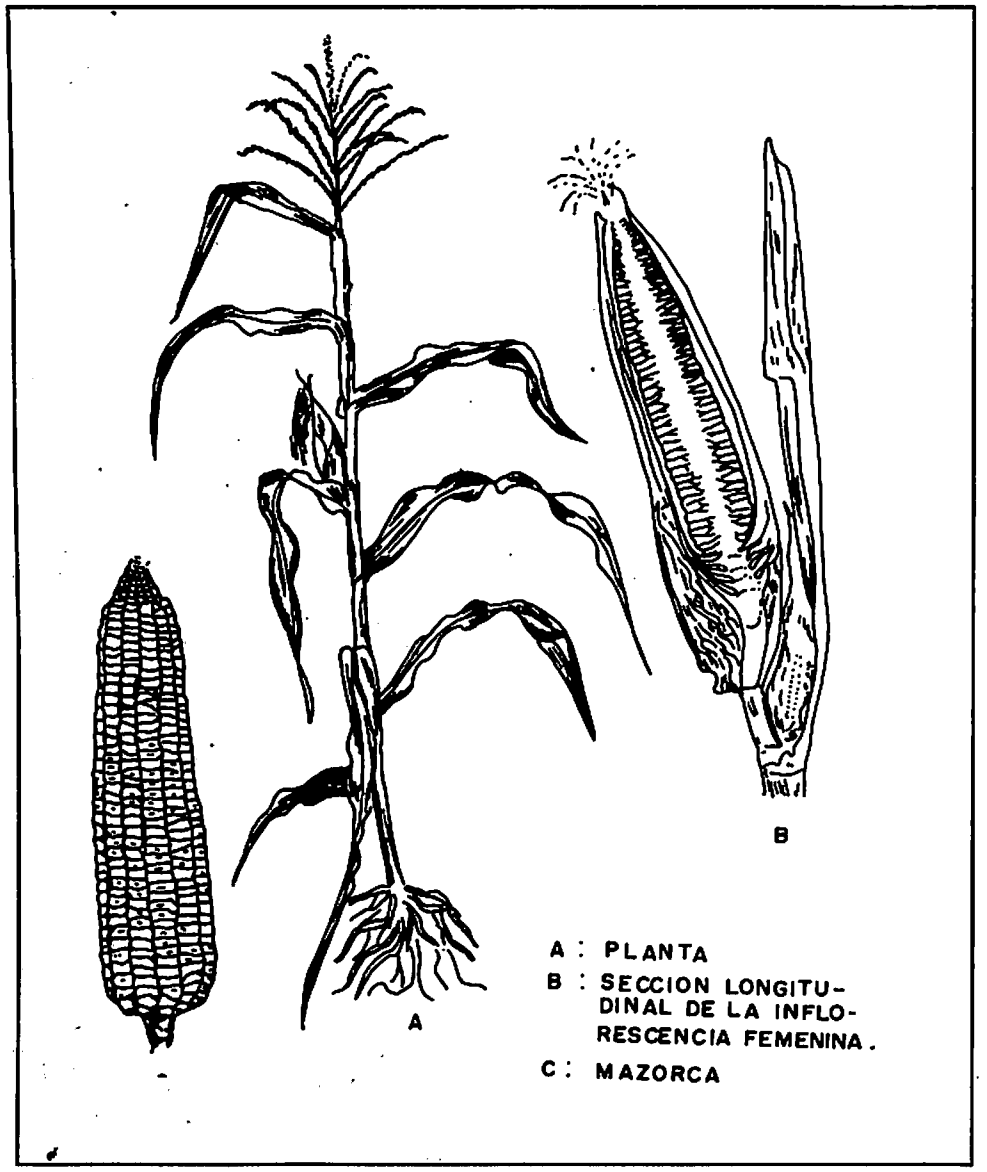


Figura 1.5 Maíz

culinarias, que cubren las necesidades desde preparación de dulces y tortas hasta pastas, sopas y coladas. Se considera también como semilla oleaginosa y su aceite es muy apreciado en culinaria.

Por ser un alimento tradicional y autóctono, su preparación y consumo varía en las diferentes regiones del país, constituyéndose solo o sus productos, en elementos esenciales de la canasta familiar colombiana.

Además, el maíz tiene numerosos usos industriales como insumo en industrias como la cervecera o para elaboración de productos tales como jarabes, pegantes y muchos otros.

La avena es una de las bases nutricionales especialmente de la niñez colombiana como constitutivo de teteros y coladas.

Su uso se incrementa ahora entre la población adulta en sopas y pastas de hornear y como bebida refrescante y nutritiva en muchas regiones del país. Su contenido en fibra dietaria de fácil consumo la hace recomendable para la alimentación de personas propensas a desórdenes digestivos.

El arroz es prácticamente el cereal de consumo diario en todas las mesas colombianas. Acompaña siempre el llamado "plato fuerte" es decir el que contiene la proteína en mayor cantidad ya sea de origen animal o vegetal. Se consume generalmente trillado o pulido en forma de granos secos, solo o en preparaciones enriquecidas con carnes, verduras y salsas y también en sopas, entero o como base de cremas.

Por ser uno de los cultivos industriales más extendidos en nuestro país, su precio está al alcance de prácticamente toda la población colombiana.

La cebada es más cultivada con fines industriales como materia prima para cervecería. Sin embargo su uso, trillada en forma de cebada perlada o a medio triturar en forma del llamado cuchuco, es materia prima de ricas sopas características de algunas regiones del país. La harina de cebada fue muy utilizada en otros países para la obtención de pan, uso en el que prácticamente ha sido reemplazada por la harina de trigo, pues la de cebada posee poco gluten y por eso sus características para panificación no son las más favorables.

La cebada germinada constituye la malta, cuyo extracto azucarado llamado mosto, es la materia prima de la obtención de cerveza. El residuo de malteria constituye una materia prima rica en proteínas,

grasas y fibra, muy utilizada como insumo en la industria de alimentos concentrados para animales.

1.4.3 Leguminosas y Otras Farináceas

Las leguminosas, comestibles aunque en menor proporción que los cereales, constiuyen también un grupo muy importante de alimentos, especialmente por su aporte protéico, el cual complementa al de los cereales por contener aminoácidos como lisina, ausente en ellos. A esta familia pertenecen el maní, el garbanzo, el haba, la lenteja, la arveja, los frijoles y la soya o soja, que es leguminosa oleaginosa simultáneamente y cuya tecnología se ha desarrollado ampliamente en los últimos años como medio de enriquecer nutricionalmente la dieta en los países del Tercer Mundo.

Las tortas de semillas oleaginosas, inicialmente usadas como ingredientes en la alimentación animal, han sido objeto de numerosas investigaciones para incorporarlas en la alimentación humana. Los texturizados y otras formas de presentación se están incorporando en alimentos tradicionales, sustituyendo por ejemplo la carne de vacuno, pero manteniendo su valor protéico.

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas ha oficializado documentos en los cuales establece los requisitos que deben cumplir cada uno de los granos y cereales destinados al consumo.

Estos requisitos se refieren principalmente a la densidad o masa por volumen que se espera para cada uno, así como los niveles de sanidad e integridad.

Definen el *grano infestado* como aquel que se encuentra con presencia de insectos vivos u otras plagas dañinas al grano en cualquiera de sus estados bilógicos (huevos, larvas, pupas o adultos) y *grano infectado* aquel con presencia parcial o total de hongos, mohos y levaduras.

La siguiente Tabla resume los valores del análisis próximo de algunos cereales, leguminosas, semillas de oleginosas y productos industriales, tomados de la Tabla de Composición de Alimentos Colombianos (1978), del libro Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos de Cheftel (1983) y de la obra de Morrison (1959).

TABLA 1.8 ANALISIS PROXIMO PROMEDIO DE ALGUNOS CEREALES, LEGUMINOSAS Y OLEAGINOSAS

Decripción	Humedad %	Prot. %	Grasa %	Fibra %	Ceniza %	E.N.N. %	Calorías
Trigo*** Triticum Vulgare	8-18	7-18	1.5-2	2-2.5	1.5-2	60-69	
Maíz Opaco Amarillo Zea mays L.	10-7	10-1	5-1	1.4	1.2	71.5	358
Avena. grano entero aplastado. Avena Sativa	9.0	14.2	7.3	1.6	1.6	66.7	356
Arroz paddy seco*** Oriza Sativa L.	12	7. 5-9	2	9	6	63	
Centeno grano entero* Serele cereale L.	13.5	10.8	1.6	3.3	1.5	69.3	314
Cebada Grano Entero * Hordeum vulgare L.	14.6	10.2	1.6	3.3	1.9	69	311
Frijol Blanco Grano seco*	14.1	22.2	1.1	4.2	4.0	54.4	306
Quinua*	13.0	16.4	2.0	6.0	3.0	59.6	301
Mani Grano*	4.8	31.3	51	2.3	2.6	8.0	568
Garbanzo*** Cicer Arietinum L		21	7	2-4	3.5	65	
Haba*** Vicia Faba		28-33	2	2-7	3	58	
Lenteja*** Lents esculenta moench		22-30	3	3	2.5	62	

Decripción	Humedad %	Prot. %	Grasa %	Fibra %	Ceniza %	E.N.N. %	Calorias
Arveja o alverja grano seco* Pisum sativum	12,4	23,9	0,8	6,5	2,4	54	308
Frijol Radical* Phaseolus vulgaris	12,4	22,9	1-3	5,2	3,7	54,5	312
Soja* Glycine max (L.) Merril		35-50	22	10	5	15	
Maíz porva*	13,5	7,7	5,2	2,1	1,4	70,1	347
Maíz amarillo trillado*	12,0	8,4	1,2	0,5	0,6	77,3	361
Semilla de algodon***.		20-30	35-40	3	4,5	20	
Semilla de soya***	10.0	37,9	18,0	5	4,6	24,5	
Semilla de girasol***		20-38	35-50	10	3-5	4-6	
Semilla de ajonjoli***	8,0	22,3	42,9	10,3	5,6	10,9	
Semilla de colza***		15,30	35-40	4	3,5	17	
Maíz pira grano entero***	12,5	8,7	3,8	2,0	1,2	71,8	335
Arroz integral***	11,5	8,6	1,0	0,8	1,1	77,0	341

TABLA 1.9 ANALISIS PROXIMO PROMEDIO DE ALGUNOS PRODUCTOS FARINACEOS

Decripción	Humedad %	Prot. %	Grasa %	Fibra %	Ceniza %	E.N.N. %	Calorias
Pan blanco de harina de trigo de 1a**	19.2	9.0	3.4	0.6	1.7	66.1	337
Pan integral de trigo entero molido*	35.3	8.1	2.0	1.7	1.9	51.0	249
Arepa redonda de maíz blanco trillado*	57.5	4.1	0.5	0.5	0.1	37.3	173
Pastas alimenticias de sémola de trigo*	14.5	10.7	0.4	0.3	0.5	73.6	350
Cebada perlada*	11.4	9.0	0.7	1.0	1.1	76.8	359
Maizena. Almidón de maíz refinado*	13.5	0.6	0.2	0.4	0.1	85.2	347
Leche de soya* 1 parte de grano 9 partes de agua	92.7	3.8	3.0	0.0	0.4	2.1	30
Leche de soya atomizada*	3.4	37.9	30.0	0.7	5.0	21.9	472
Bienestarina. Harina compuesta enriquecida*	9.7	26.0	1.4	1.4	3.3	58.2	319
Cuchuco de cebada*	10.2	9.0	0.7	1.0	1.3	77.8	345
Cuchuco de trigo*	10.5	13.7	1.2	2.5	1.5	70.6	326
Harina de trigo*	12.9	11.8	1.0	0.5	0.6	73.2	342
Torta de soya obtenida por expresión	8.6	43.9	5.2	5.9	6.2	30.2	

(Continúa)

(Continuación)

Decripción	Humedad %	Prot. %	Grasa %	Fibra %	Ceniza %	E.N.N. %	Calorias
Torta de soya extraída por el solvente***	9,7	45,7	1,3	5,8	6,1	31,4	
Torta de semilla de girasol extraída por solventes***	10,8	19,6	1,1	35,9	5,6	27,0	
Torta de ajonjolii obtenida por expresión	6,3	43,3	9,0	6,2	11,6	23,6	

*Tabla de Composición de Alimentos Colombianos. ICBF. 4ª Ed. Bogotá. 1978.

**MORRISON F. B. Foods and Feeding. 22nd Ed. The Morrison Publishing Co. Clinton. Iowa. 1959.

***CHEFTEL, J. C. et al. Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza España. 1983.

1.5 PRODUCTOS DERIVADOS DE FARINACEAS

1.5.1 Pan común

Según la norma ICONTEC 1363 se define el pan común como el "producto poroso obtenido de la cocción de una masa preparada con una mezcla esencialmente compuesta de harina de trigo, levadura, agua potable y sal, la cual puede contener grasa de origen vegetal o animal, aceite hidrogenado, mantequilla, lecitina, margarina, diastasa y clorhidrato de lisina y huevo.

Se clasifica según sus agregados en:

Pan francés, aquel de corteza tostada que contiene principalmente harina de trigo, agua, levadura y sal adicionado o no de grasa y azúcar.

Pan blando, aquel de corteza blanda que contiene principalmente harina de trigo, agua, levadura y sal adicionado de grasa y azúcar.

1.5.1.1 Elaboración del Pan

En la elaboración del pan francés que es el más común se realzan tres operaciones fundamentales: amasado, fermentación o maduración y la cocción.

Amasado: En esta operación se mezclan las materias primas fundamentales que son la harina de trigo, la sal, la levadura y el agua, con el fin de obtener una masa homogénea. La sal se emplea en proporción menor al 1 % y da el sabor característico. No debe emplearse en cantidades mayores porque atenúa la actividad de la levadura y la fermentación se demora mucho.

Se utiliza para la fermentación la misma levadura que para la fabricación de cervezas, llamada *Saccharomyces cerevisiae*, en proporción del 0,5 % respecto al peso de la harina.

El agua se incorpora con el fin de obtener una masa blanda, húmeda y fácil de moldear, generalmente en una proporción de 60 % con relación al peso de la harina. Si se añade mucha agua, se forma una masa pegajosa y si es insuficiente aparecerá una masa dura y seca.

Fermentación y maduración. En este proceso las enzimas presentes en la harina y en la levadura, transforman el almidón en dextrina, maltosa, glucosa y levulosa y luego las levaduras actúan sobre los azúcares presentes para producir CO_2 y alcohol, y productos secundarios como ácido láctico y acético en menor cantidad.

El CO_2 formado es retenido por el gluten de la masa, produciendo su hinchamiento y comunicando al pan su porosidad característica. El alcohol formado desaparece en el proceso de cocción.

Cocción. La masa fermentada se corta al tamaño adecuado y se somete a cocción a temperatura de 250 °C. En este proceso el CO_2 enclaustrado entre la masa aumenta su volumen, el alcohol, el agua y demás sustancias volátiles se desprenden. El volumen del pan aumenta y será mayor cuanto mejores sean las propiedades elásticas del gluten de la harina original.

En el exterior se forma una cáscara por la transformación del almidón en dextrinas, la cual protege la miga de la deshidratación. Además con el calor se coagulan las proteínas y se suspende la fermentación. Terminada esta etapa se saca el pan del horno y se deja enfriar naturalmente.

1.5.1.2 Requisitos Comerciales del Pan

Según la misma norma ICONTEC 1363, los panes francés y blando, deben cumplir los siguientes requisitos consignados en la Tabla 1.10.

TABLA 1.10 REQUISITOS DEL PAN COMUN

Requisitos	Pan blando		Pan frances	
	Mín	Máx.	Mín	Máx.
Grasa (g/100 g de harina)	4,0	10,019,6		3,0
Azúcar (g/100 g de harina)	6,0	10,0		3,0
Humedad en % en masa		40,0		40,0
Cenizas insolubles en ácidos, en % en base seca		0,1		0,1
pH del extracto acuoso	5,3	6,0	5,3	6,0
Fibra cruda, en % en base seca		0,5		0,5
Proteínas, en % en base seca	8,0		8,0	
Volumen específico en cm3/g	4,5	6,0	4,5	6,0

Sin embargo, el pan es un producto ligado a la cultura particular del pueblo y por eso se encuentra tal variedad en el mercado, que escapa de las normas y se rige por la preferencia del consumidor en cada región. El Código Alimentario Argentino, citado por García y Riviere, prohíbe la circulación, tenencia o expendido de cualquier tipo o clase de pan mal elaborado, o imperfectamente cocido, conteniendo sustancias extrañas, atacado por enfermedades criptogámicas o parásitos, así como de panes averiados, o alterados en los que se haya sustituido el huevo o la yema de huevo por sustancias colorantes o que presenten una acidez superior a 0,54 % (expresada en ácido láctico), para panes blancos, o 0,72 % para panes negros, calculada sobre base húmeda.

También prohíbe el expendio de productos de panadería que no tengan buen aspecto, olor agradable, no sean frescos, no se presenten en perfecto estado de conservación y al abrigo de contaminación de gérmenes patógenos. (García R. 1974).

En la elaboración del pan se permite la adición de agentes antimohos de los cuales los más comunes son el propionato de calcio o de sodio, los cuales se añaden en proporción hasta del 0,38 % en peso de la harina o harinas empleadas y la de bromato de potasio hasta en un 0,007%.

1.5.2 Harina de Trigo

Según la definición propuesta en la Norma ICONTEC 267, la harina de trigo para panificación, es el producto alimenticio resultante de la molienda y tamizado del endosperma limpio del trigo.

En el comercio se encuentra además la harina de trigo "integral" y la harina de trigo para galletería. La primera es el producto obtenido por una alta extracción en la molienda y tamizado del grano y la segunda puede contener hasta un 0,5 % de harina de trigo o de cebada malteadas.

El producto debe estar limpio, sin olores ni sabores extraños, libre de insectos, larvas, fragmentos de insectos, o sustancias extrañas y de residuos de plaguicidas.

Las especificaciones para estos productos en Colombia son las siguientes:

-Para galletería. Norma ICONTEC 253

Granulometría: El 98 % debe pasar por tamiz ICONTEC No. 100 (149μm)

	Mínimo	Máximo
Humedad		14,5 %
Proteínas	6,0 %	9,5 %
Cenizas	0,4 %	0,55 %

Se permite la presencia de bióxido de cloro hasta un máximo de 75 ppm.

-Para panificación. Norma ICONTEC 267

La harina debe presentar color amarillento; una tonalidad gris y la presencia de partículas indican contaminación con afrecho,

debida a la alta extracción o a un insuficiente proceso de tamizado. El 98 % debe pasar por tamiz ICONTEC N. 70 (210μm).

Se permite la adición de bromato de potasio en cantidad no mayor a 20 ppm y de ácido ascórbico en cantidad menor a 200 ppm.

Por ser un ingrediente tan utilizado en repostería, no solamente en la fabricación del pan, se expenden también harinas enriquecidas con vitaminas y minerales, los cuales se permiten en los siguientes contenidos:

	mg/kg
Tiamina	6,3
Rivoflavina	4,0
Niacina	5,3
Calcio	2100
Hierro	360

Los requisitos que deben cumplir las harinas para panificación según su tipo son las siguientes:

	Harina	Harina integral
Humedad % máx.	14	14
Proteína % min.	10,5	11
Ceniza % máx.	0,7	1,7
Gluten seco	8,5	

Estas harinas no tendrán mezclas de ninguna otra. Se permite la adición de bromatos que son agentes oxidantes que comunican mayor consistencia o fuerza a la harina para panificación y la vitamina C o ácido ascórbico, que ejerce una acción reductora, mejora la elasticidad y extensibilidad de la masa.

1.5.2.1. Proceso de Obtención de la Harina de Trigo

La obtención de la harina de trigo comprende las siguientes etapas:

a) Clasificación de los granos

b) Limpieza de los granos

c) Molienda

d) Separación de subproductos

La clasificación de los granos se efectúa de acuerdo con contenido de humedad, cantidad de proteína y peso de un volumen dado. Después de clasificados se almacenan en silos de los cuales se transportan al molino, mezclando las proporciones de cada uno según el tipo de harina que se desea obtener.

La limpieza consiste en eliminar de los granos las sustancias extrañas que puedan acompañarlos. Se efectúa mediante un zarandeado acompañado de aspiración o por centrifugación con la que se logra una buena separación por peso. Luego los granos de trigo se lavan y se secan hasta un contenido de humedad apropiado para el proceso de molienda.

Este proceso se inicia con una trituración y separación de la mayor parte del pericarpio y el germen que genera lo que se conoce comunmente como afrecho. Por sucesivos procesos de molienda y tamizado se separa el pericarpio del endosperma y se obtiene el salvado y la harina, la cual finalmente es adicionada de las sustancias mejoradoras como el bromato o la vitamina C, o enriquecida con vitaminas y minerales cuando se ofrece al mercado como harina enriquecida.

1.5.2.2 Alteraciones y Adulteraciones

La harina se altera fácilmente por almacenamiento defectuoso, por invasión de hongos o insectos o por acidificación debida al calor desarrollado en el interior de los empaques, alteraciones que traen como consecuencia una mala calidad del pan. También es común encontrar harinas adulteradas por mezcla, con harinas de menor calidad o por adición de sustancias minerales que aumentan su peso o mejoran su apariencia como sulfato de calcio, tierra de infusorios o alumbre.

Entre los blanqueadores más utilizados se pueden mencionar el cloro, el peróxido de nitrógeno y el peróxido de benzoílo.

1.5.2.3 Análisis de la Harina

El análisis de la harina comprende entonces las determinaciones que permiten confirmar que cumple las especificaciones y otras que dan una idea de su genuinidad y capacidad de aplicación a la panificación.

El gluten es la fracción lipoprotéica insoluble en agua que comunica al producto su capacidad de hinchamiento. Está formado en gran parte por gliadina y glutelina; la primera comunica propiedades extensibles y la segunda propiedades elásticas a la masa de panificación, por eso su determinación sirve para formarse un criterio sobre la capacidad de panificación de la harina. La determinación de bromatos y de ácido ascórbico confirman el uso al cual está destinado el producto.

La determinación de acidez sirve para juzgar si se trata de una materia prima bien conservada y fresca; la harina normal debe tener un pH entre 6 y 6,8 y un pH ácido indica la presencia de cloro como agente blanqueador.

-Examen Microscópico

Los granos de almidón de diferentes procedencias muestran formas particulares que pueden distinguirse fácilmente al microscopio. La Figura 1.6 representa gráficamente las diferencias entre los granos de harinas comunes en nuestro medio.

Además este examen permite observar rápidamente si hay presencia de materiales extraños como afrecho o minerales o si está contaminado por insectos o residuos de ellos.

1.5.3 Pastas Alimenticias

1.5.3.1 Introducción, Definiciones y Requisitos

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas las define en su documento No. 1055 como los "productos preparados mediante el secado apropiado de las figuras formadas del amasado con agua de derivados del trigo u otras farináceas aptas para el consumo humano, o combinación de las mismas". Pueden ser adicionadas con vegetales tales como acelgas, espinacas, tomates y pimentones, en cuyo caso debe declararse la mezcla en la etiqueta y se consideran "pastas alimenticias especiales".

Generalmente se adicionan de huevo en una cantidad mínima de 150 g de huevo fresco por kilogramo de producto y en la etiqueta se mencionarán como "pastas al huevo". Además el producto debe elaborarse en condiciones sanitarias apropiadas, para que esté excento de olores o sabores extraños y de cualquier otra sustancia extraña, nociva o tóxica.

El color debe ser el natural, procedente de la materia prima y no se permite la adición de ningún colorante. Como aditivos solo se permite el fosfato disódico en dosis máximas de 0,5 %.

Según la norma ICONTEC citada, las pastas alimenticias deberán cumplir en Colombia con los requisitos indicados en la Tabla 1.11.

TABLA 1.11 REQUISITOS PARA PASTAS ALIMENTICIAS

Requisitos	Mínimos	Máximos
Humedad, en porcentaje	-	13,0
Cenizas, en porcentaje	-	0,8
Proteína, en porcentaje	10,5	-
Acidez como ácido láctico, en porcentaje	-	0,45
Productos grasos, en porcentaje	0,4	-
Colorantes	-	0,0

Puesto que las pastas alimenticias son productos relativamente baratos y de amplia aceptación por los consumidores, se han escogido como vehículo de nutrientes, principalmente proteínas. Con este fin las pastas se enriquecen con huevo o con proteínas texturizadas procedentes de vegetales, permitiendo de esta manera combatir la desnutrición protéica.

1.5.3.2 Objeto del Análisis de las Pastas Alimenticias

El análisis de estos productos busca determinar su fortaleza frente a la cocción, por lo cual se determina la cantidad de agua que absorben y el sedimento que se forma por pérdida de sólidos durante dicho proceso.

En general, al aumentar la bondad de la pasta aumenta el grado de absorción, siendo el mínimo de 200 %. En pastas de buena calidad

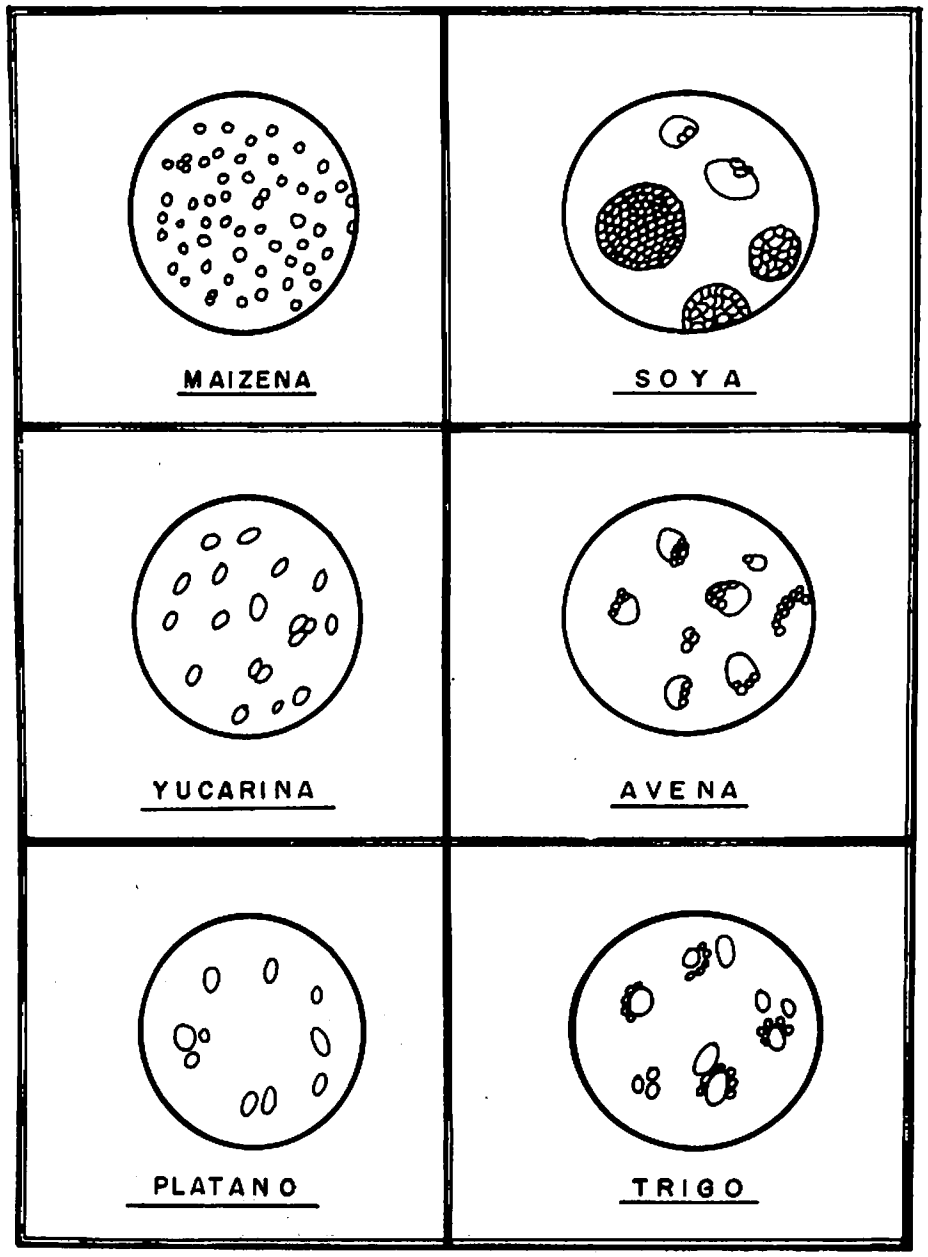


Figura 1.6 *Apariencia al microscopio de los granos de almidón procedentes de diversas materias primas.*

el sedimento generado por 100 g de pasta cocidos en 1 dm^3 de una solución al 0,25 % de cloruro de sodio, no debe ser mayor a 200 cm^3; en pastas de mala calidad excede los 300 cm^3.

Como algunos comerciantes rotulan sus pastas como si fueran enriquecidas con huevo, sin serlo realmente, es necesario determinar su contenido, para lo cual se hace una extracción del fósforo orgánico procedente del huevo, el cual se mineraliza y se determina colorimétricamente. La acidez determina también la calidad y frescura de la harina de origen, su determinación se efectúa titulándola sobre el extracto acuoso.

1.6 GUIA PARA EL LABORATORIO

1.6.1 Análisis Próximo de Farináceas

1.6.1.1 Preparación de la Muestra

Se pulveriza la muestra hasta que pase por tamiz No. 20 y se guarda en un frasco tapado.

1.6.1.2 Determinaciones

1.6.1.2.1 Humedad. AOAC 7.003/84, 930.15/90 Adaptado

Se pesa exactamente una muestra de 1 a 2 gramos, se pasa a una cápsula de porcelana previamente tarada. Se calienta a 95 - 100 °C en una estufa si el laboratorio se halla al nivel del mar o a 90 °C a presiones atmosféricas menores, o al vacío a 70 °C durante tiempo suficiente para lograr peso constante. Se enfría en desecador y se pesa. Se reserva el residuo para la determinación del Extracto Etéreo.

Cálculo

$$\% \text{ de humedad} = \frac{\text{Pérdida de peso} \times 100}{\text{Peso Muestra}}$$

1.6.1.2.2 Cenizas A.O.A.C. 7.009/84, 942.05/90. Adaptado

Pesar exactamente dos gramos de muestra en un crisol de porcelana previamente tarado. Colocar en la mufla y calcinar al rojo oscuro (500-550 °C) manteniendo en esta temperatura durante dos horas. Transferir el crisol directamente al desecador, dejar enfriar y pesar (Guardar las cenizas para determinar calcio y fósforo).

Cálculo

$$\% \text{ de cenizas} = \frac{\text{Peso del residuo x 100}}{\text{Peso Muestra}}$$

1.6.1.2.3 Extracto Etéreo A.O.A.C. 7.060/84, 920.39/90. Adaptado

Pasar cuantitativamente la muestra seca reservada en la determinación de humedad, a un dedal de papel o a un trozo suficientemente grande de papel de filtro. Encerrar el material colocando un poco de algodón desengrasado en la boca del dedal de extracción o empaquetándolo cuidadosamente con papel de filtro. Extraer con éter de petróleo de punto de ebullición 40-60°C, en un aparato Soxhlet, (ver Figura 1.8) Goldfish, u otro apropiado, cuyo recipiente haya sido previamente tarado, durante el tiempo suficiente o hasta que por media hora no se vea coloreado el disolvente que circula. Recuperar la mayor cantidad de disolvente por destilación y secar el extracto 30 minutos a 60°C. Enfriar y pesar. Reservar el residuo para la determinación de Fibra Cruda.

Cálculo

$$\% \text{ Extracto Etéreo} = \frac{\text{Peso de extracto x 100}}{\text{Peso Muestra}}$$

El peso muestra en este caso es el mismo que se había tomado para Humedad.

1.6.1.2.4 Fibra Cruda. A.O.A.C. 7.066/84. 962.09/90. Adaptado

Reactivos:

Solución 0,255 N de H_2SO_4 = 1,25 g/100 ml

Alcohol isoamílico o amílico (antiespumante)

Etanol de 95 %

Solución 0,313 N de NaOH = 1,25 g/100 ml

Material filtrante

Aparatos:

Equipo de Labconco o Tecator u otro apropiado, que conste de:

Condensador para reflujo

Vasos de 600 cm^3 de forma alta o vasos apropiados para el digestor a reflujo.

Tela filtrante dril o lona

Embudo Büchner

Crisol Gooch o de vidrio

Crisoles de porcelana

Equipo para filtración al vacío

Mufla

Estufa

Determinación

Transferir cuantitativamente el residuo sobrante de la extracción del extracto etéreo al recipiente de digestión. Añadir 100 ml de la solución de ácido sulfúrico hirviendo, más 5 gotas de alcohol amílico (antiespumante), conectar inmediatamente al condensador y calentar, manteniendo la ebullición durante 30 minutos exactos teniendo cuidado de que no haya material fuera de contacto con la solución. Retirar del calor y filtrar inmediatamente a través de la tela filtrante y con ayuda de vacío.

Lavar con agua caliente hasta fin de acidez. Secar la tela con el residuo, transferir nuevamente el residuo al erlenmeyer por medio de un policía y lavando con 100 cm^3 de la solución de soda caliente. Añadir unas gotas de antiespumante. Llevar a ebullición bajo reflujo y mantener hirviendo durante 30 minutos exactos. Mientras tanto preparar un crisol de filtración o un crisol común seco y tarado. Terminados los 30 minutos filtrar a través del crisol de filtración o en el Büchner, utilizando la misma tela, secar y transferir el residuo seco al crisol. Si es necesario lavar la tela con unas gotas de agua caliente

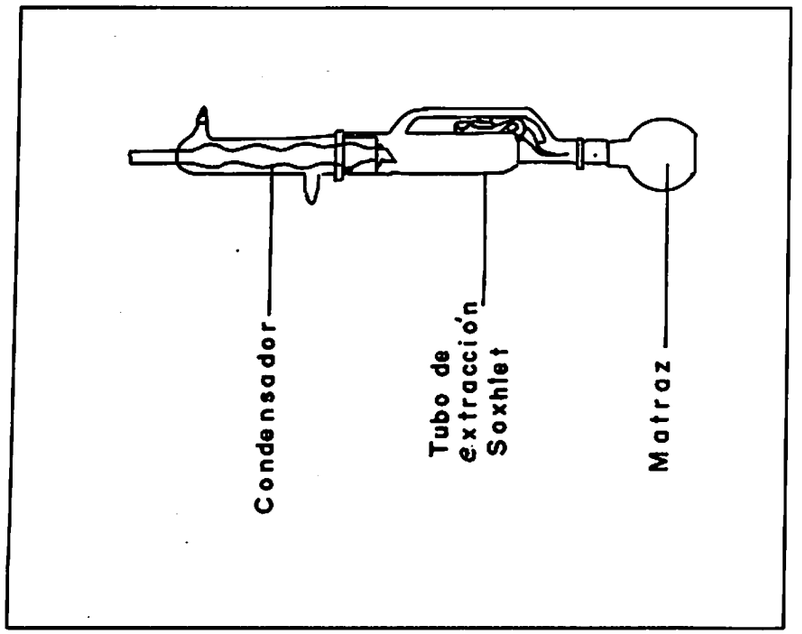


Figura No. 1.8 Extractor de Soxhlet

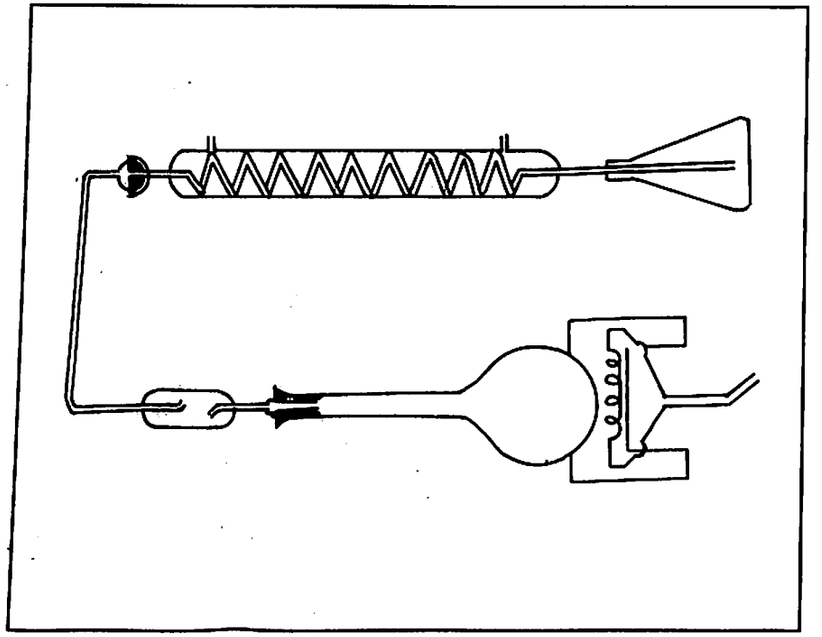


Figura 1.7 Equipo de destilación Kjeldahl

reservando los lavados en el mismo crisol. Secar el crisol y su contenido hasta peso constante en una estufa a 110 °C. Enfriar y pesar (A). Calcinar el crisol en una mufla a 600 °C o sobre un mechero Bunsen, hasta que se destruya la materia orgánica (más o menos 20 minutos). Enfriar en desecador y pesar (E).

Cálculo: (A - E) = pérdida de peso

$$\% \text{ Fibra Cruda} = \frac{\text{Pérdida de peso} \times 100}{\text{Peso Muestra}}$$

1.6.1.2.5 Proteína Total. Método Kjeldahl-Gunning-Arnold. Adaptado Griffin 1955. (Ver Figura 1.7)

Reactivos:

-Mezcla sulfatos selenio: Mezclar 18.77 g de $CuSO_4$ $5H_2O$ 900 g de K_2SO_4 y 0,4 g de Se finamente pulverizados.

-Acido bórico al 4 %. Disolver 40 gramos de H_3BO_3 en agua caliente si es necesario. Enfriar y completar a 1000 cm^3. Añadir unas gotas de indicador de Tashiro

- Indicador de Tashiro: Mezclar 25 cm^3 de solución alcohólica de azul de metileno al 0,05% y 25 cm^3 de solución al 0,1% de rojo de metilo.

-Acido sulfúrico comercial

-Soda comercial (lejía al 60 %)

-Acido clorhídrico 0,1 N

Preparación de una solución de HCl 0.1 N

Medir en una probeta 10 cm^3 de HCl R.A. (densidad 1,19 con 37% de HCl) y pasar a un matraz aforado de un litro; completar el volumen con agua destilada.

Titulación

Medir exactamente 25 cm^3 de esta solución con una pipeta aforada y colocar en un erlenmeyer de 250 cm^3. Agregar 2 gotas de solución de fenolftaleína. De una bureta deje caer una solución valorada de hidróxido hasta la aparición de una coloración débilmente rosada que persista por 30 segundos.

Calcular el título de la solución de ácido por la fórmula

Va X Na = Vb X Nb

en la cual

Na = Normalidad buscada del ácido

Va = Volumen medido de ácido (25 cm3)

Nb = Normalidad conocida de la solución de NaOH

Vb = Volumen usado en la titulación, medido en la bureta.

Determinación Macro

a) Digestión

Pesar de 0,25 a 2,0 g de muestra y pasar a un balón Kjeldahl, agregar 10.0 g de mezcla y 15,0 cm^3 de H_2SO_4 comercial y poner en digestión en los digestores Kjeldahl de 500 a 800 cm^3 hasta que aclare completamente (color verde claro).

Dejar enfriar completamente y agregar 240 cm^3 de agua destilada.

b) Destilación

El destilado se recibe sobre 100 cm^3 de ácido bórico en un balón o erlenmeyer de 500 cm^3.

Agregar al balón Kjeldahl 75 cm^3 de soda comercial (sin agitar) y unas pocas granallas de cinc, luego colocar cuidadosamente en destilador Kjeldahl, con el calentador previamente prendido y el balón para recibir el destilado, previamente colocado en el destilador.

Ajustar el tapón de la trampa de destilación y agitar cuidadosamente. No se debe omitir el abrir el agua de refrigeración. La destilación no debe ser muy rápida, pues el amoníaco no alcanza a solubilizarse en el ácido bórico produciéndose el escape de este.

Mantener el calentamiento hasta que ya no se detecte desprendimiento de amoníaco por medio de papel tornasol en 1 gota del destilado. Debe tenerse otro recipiente con agua destilada para lavar el tubo de inmersión sobre la solución de bórico y sumergirlo en agua

una vez terminada la destilación. Retirar el balón con el borato de amonio.

Retirar el calor sin desconectar el equipo. Por enfriamiento el agua de lavado subirá hasta el balón, permitiendo mantener limpio el equipo de destilación.

Titular el borato de amonio con solución 0,1 N de HCl.

$$\%\ N = V \times N \times \frac{14}{1000} \times \frac{100}{\text{Peso Muestra}}$$

% Proteína = % N x 6,25

Determinación Micro

Pesar 30 mg de muestra. Pasarlos cuantitativamente a un balón de digestión Kjeldahl de 50 a 100 cm^3, añadir 100 mg de catalizador y 2 cm^3 de H_2SO_4 concentrado.

Seguir el procedimiento de digestión, dilución y destilación como se describe en el método Macro, diluyendo con 25 cm^3 de agua destilada, alcalinizando con 10 cm^3 de NaOH 40 % recibiendo el destilador sobre 10 ml de ácido bórico y titulando con HCl 0,01 N.

1.6.1.2.6 Análisis de las Cenizas

Los elementos minerales que generalmente se determinan en las cenizas son el calcio y el fósforo. Para analizarlos es necesario ponerlos en solución. A continuación se describirá un método para determinar cada uno de ellos.

Procedimiento

Agregar 5 ml de HCl (1:1) al crisol de las cenizas. Evaporar el ácido sobre baño maría. Repetir la digestión con ácido dos veces más. La tercera digestión debe prolongarse sólo 30 minutos. Filtrar la solución ácida recibiendo el filtrado en un frasco volumétrico de 100 cm^3. Lavar el crisol y el embudo recibiendo los filtrados en el mismo frasco volumétrico y completando el lavado hasta fin de cloruros. Completar a volumen.

1.6.1.2.6.1 Determinación de Calcio por Permanganometría A.O.A.C. 14.014/84 Adaptado

Reactivos:

-Solución de permanganato de potasio 0,1 N.

Preparación:

Pesar 3,16 gramos de permanganato de potasio y disolver en agua destilada. Se aconseja dejar la solución una vez preparada, varios días en reposo antes de valorarla. El proceso de oxidación se puede acelerar hirviendo la solución durante una media hora y dejándola enfriar antes de completar el volumen con agua destilada, previamente hervida.

De esta manera puede valorarse al cabo de unos días, tomando la precaución de filtrarla por lana de vidrio o por un crisol filtrante de vidrio poroso (con ayuda de vacío), con el fin de separar el bióxido de manganeso que se haya podido precipitar en la solución. Si no se separa, el MnO_2 puede actuar como catalizador en otras reacciones.

Las soluciones de permanganato de potasio deben guardarse en frascos oscuros para protegerlas de la luz.

Titulación:

Colocar 0,3000 gramos de oxalato de sodio (previamente secado en la estufa a 105 °C hasta que se logre el peso constante), en un vaso de precipitados de 400 cm^3. Agregar 250 cm^3 de ácido sulfúrico (5 + 95 cm^3 de agua) hervido con anterioridad (15 minutos), esto con el fin de oxidar la materia orgánica que eventualmente pueda estar presente. Debe agitarse hasta que se disuelva el oxalato y se ponga en libertad el ácido oxálico y agregar lentamente, agitando, 40 cm^3 del permanganato que se va a valorar.

El contenido debe reposar hasta que desaparezca el color rosado (unos 45 segundos); calentar a 70 °C y completar la valoración, agregando permanganato hasta que persista el color rosado durante 30 segundos. Al final, se deja caer el permanganato de la bureta, gota a gota y se espera a que cada gota se decolore antes de agregar la siguiente. La reacción que se produce es la siguiente:

$$2MnO_4^- + 5Na_2C_2O_4 + 6H^{+2} \text{----> } 2Mn^{+2} + 10CO_2 + 8H_2O$$

Calcular la normalidad de la solución patrón de permanganato.

$$\text{N de } KMnO_4 = g \frac{Na_2C_2O_4 \times 1000}{cm^3\ KMnO_4 \times 67.002}$$

67,002 = Peso equivalente del oxalato de sodio.

Procedimiento

Tomar una alícuota de 20 cm^3 de la solución de cenizas, en un vaso de 250 cm^3 o de 400 cm^3. Agregar 80 cm^3 de agua y 2 gotas de indicador de fenolftaleína en solución alcohólica. Agregar amoniaco 1:1 hasta viraje franco. (Color naranja no rosado). Añadir 50 cm^3 de agua y calentar a ebullición. En este punto añadir rápidamente 10 cm^3 de solución saturada de oxalato de amonio caliente, agitando con varilla de vidrio por varios minutos. Pasar a una plancha caliente y dejar en maduración por una hora. Filtrar por decantación a través de papel de grano fino (Wathman 42 o S & S 589 banda azul). Lavar el precipitado y el vaso con solución de amoníaco 1 + 50. Pasar el papel con el precipitado al vaso original. Agregar 100 cm^3 de agua y 10 cm^3 de H_2SO_4 (1:1). Calentar hasta ebullición y titular con solución de $KMnO_4$ 0,02 N hasta ligero color rosado. La solución de $KMnO_4$ debe prepararse inmediatamente antes de usar a partir de una solución 0,1 N y debe titularse inmediatamente. Conducir un blanco de reactivos utilizando una hoja de papel de filtro de la misma calidad.

$$\text{Ca mg/100 g} = (A-B) \times N \times 0{,}02 \times (V/V_1) \times (100/p.m.) \times 1000$$

Donde:

A	=	cm^3 de permanganato de potasio gastados en la titulación de la muestra.
B	=	cm^3 de permanganato de potasio gastados en la titulación del blanco.
N	=	Normalidad del permanganato de potasio.
0,02	=	(40/2000) = peso equivalente del Ca.
V	=	Volumen de solución de la muestra en cm^3.
V_1	=	Volumen de la alícuota en cm^3.
pm.	=	Peso muestra en gramos.

1.6.1.2.6.2 Determinación de Calcio por EDTA. Método E. Merck. Adaptado.

Tomar una alícuota de la solución de cenizas en un erlenmeyer de 150 o 200 ml. Agregar 25 ml de agua y dos gotas de trietanol amina. Alcalinizar con solución de NaOH (20 g/100 cm^3) hasta alcanzar pH 10 -12 controlando con papel indicador universal. Añadir unos miligramos de la mezcla sólida de indicador de murexida al 1% en cloruro de sodio. Titular con solución de EDTA 0,05 M hasta viraje del color rosado al color violeta.

La preparación de reactivos para esta determinación se describe en la titulación de dureza en aguas - Guía de laboratorio del capítulo correspondiente.

1.6.1.2.6.3. Determinación de fósforo Procedimiento Estandarizado en el Departamento de Química. Facultad de Ciencias U. N.

Reactivos:

Molibdato de amonio. Solución acuosa al 5 %

Vanadato de amonio. Disolver 0,25 g de la sal en 50 cm^3 de agua hirviendo. Enfriar y añadir 35 cm^3 de ácido nítrico concentrado. Diluir a 100 cm^3 con agua.

Solución patrón de fósforo. Disolver 0.3509 g de KH_2PO_4, previamente secado a la estufa por una hora, en 300 cm^3 de agua. Añadir 20 cm^3 de H_2SO_4 10 N. Enfriar y diluir a 1 dm^3.

Patrón I

1 cm^3 = 80 ug de P

Patrones de trabajo:

En matraces aforados de 100 cm^3 tomar 0, 1, 10, 15 y 20 cm^3 del Patrón I. Añadir 4 ml de H_2SO_4 10 N en cada matraz y diluir a la marca. De estas soluciones se toman 5 ml para elaborar la curva según el procedimiento descrito para las muestras.

Procedimiento

Tomar 5 cm^3 de la solución de cenizas y diluir a 100 cm^3 en matraz aforado. Tomar 10 cm^3 de esa solución en un tubo de ensayo.

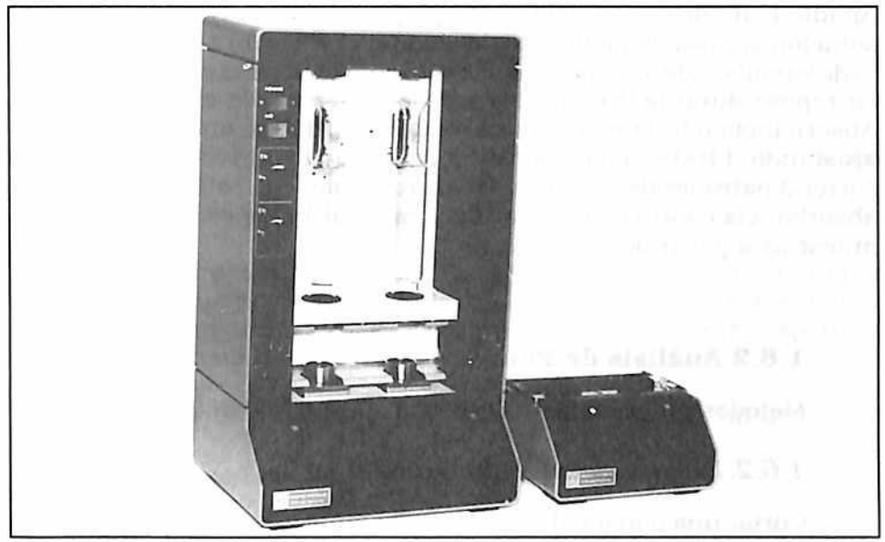


Figura 1.9. *Aparato para determinación de Fibra cruda, por cualquiera de los tres métodos.Con autorización de A. Sandoval L. Representante de TECATOR. Equipo FIBERTEC de dos puestos.*

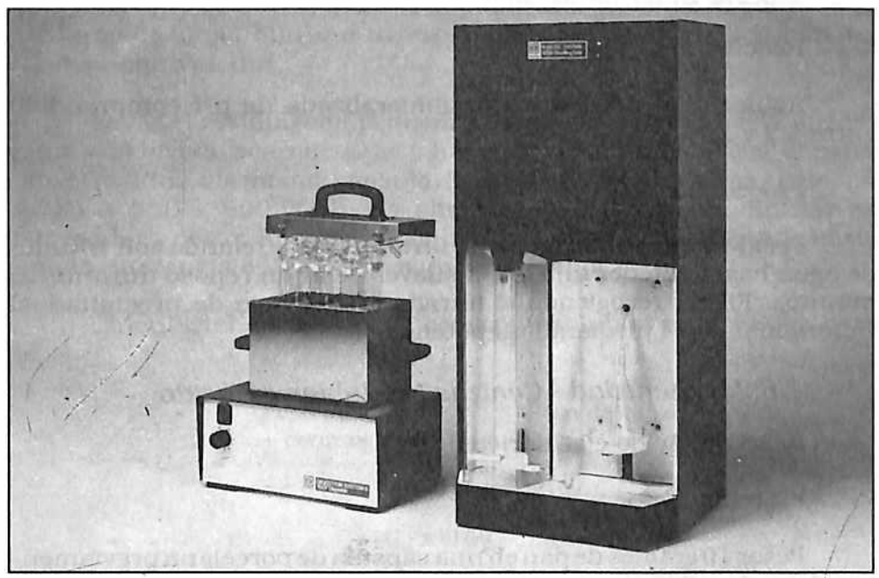


Figura 1.10. *Destilador Automático de proteína con digestor de 6 puestos KJELTEC*

Añadir 4 cm^3 de una mezcla recién preparada, de partes iguales de a) solución acuosa de molibdato de amonio al 5 % y b) solución al 0,25 % de vanadato de amonio en ácido nítrico. Tapar, mezclar bien y dejar en reposo durante 20 minutos para que desarrolle el color. Leer la Absorbancia o la Transmitancia a una longitud de onda de 420 nm, ajustando el 100 % con un blanco de reactivos. Junto con las muestras correr 3 patrones de 4, 8, 12 y 16 microgramos de fósforo. Graficar la absorbancia contra concentración y calcular la concentración de las muestras a partir de la gráfica.

1.6.2 Análisis de Pan

Métodos propuestos en la Norma ICONTEC 1363 adaptados

1.6.2.1 Preparación de la muestra

Cortar una porción de aproximadamente 200 g en rebanadas de 5 mm de espesor, desmenuzar, mezclar y almacenar inmediatamente en una bolsa de plástico o en un frasco de vidrio bien tapado.

1.6.2.2 Determinación del pH del extracto

Reactivos

Agua recién destilada o desmineralizada de pH comprendido entre 6,2 y 7.

Procedimiento

Pesar 10 g de pan. Triturar en un mortero mezclando con 100 cm^3 de agua hasta obtener una masa suave. Dejar en reposo durante 15 minutos. Filtrar recogiendo el filtrado en un vaso de precipitados. Determinar el pH mediante un potenciómetro.

1.6.2.3 Humedad - Cenizas insolubles en ácido

Reactivo: Acido clorhídrico 5 N

Procedimiento

Pesar 10 gramos de pan en una cápsula de porcelana previamente calcinada a 600 °C y tarada. Secar a 105 °C en una estufa, enfriar en desecador y pesar. Repetir el procedimiento hasta peso constante.

Calcular el porcentaje de humedad

$$\% \text{ humedad} = \frac{\text{Peso cápsula + muestra seca} - \text{Peso de cápsula vacia}}{\text{Peso Muestra}} \times 100$$

Calcinar el residuo, iniciando el calentamiento al mechero por una hora y luego en una mufla a 500 - 600 °C, hasta eliminar completamente el carbón. Enfriar en desecador y pesar. Repetir la calcinación hasta peso constante.

Calcular el porcentaje de cenizas totales en base húmeda

$$\% \text{ cenizas} = \frac{\text{Peso cápsula + cenizas} - \text{Peso de cápsula vacia}}{\text{Peso Muestra}} \times 100$$

Adicionar a las cenizas 10 cm^3 de la solución de ácido clorhídrico, cubriendo con un vidrio de reloj. Calentar durante 10 minutos en un baño de agua. Filtrar a través de un papel de filtro Whatman No. 42 o su equivalente.

Lavar el residuo con pequeñas porciones de agua hasta que las aguas de lavado sean neutras o hasta fin de cloruros. Pasar el papel con el residuo a la misma cápsula. Secar a 135 °C por 2 horas y calcinar luego a 550 - 600 °C hasta eliminar todo el carbón. Enfriar en desecador y pesar. Repetir la calcinación, enfriamiento y pesada hasta que la diferencia entre dos pesadas sea menor a 1 mg.

Calcular el contenido de cenizas insolubles en ácido en base seca

$$\% C_i = \frac{\text{Peso de cápsula + cenizas insolubles} - \text{Peso de cápsula vacia}}{\text{Peso Muestra}} \times 100$$

$$C_{i \text{ base seca}} = \frac{C_i \times 100}{100 - h}$$

h = % de humedad

1.6.2.4 Determinación del Volumen Específico

Reactivo: Parafina fundida

Procedimiento

Pesar un vaso de precipitados de 1000 cm^3 conteniendo 800 cm^3 de agua en una balanza con aproximación al 0,01 g (B). Pesar un trozo de pan (C).

Introducir el trozo de pan en parafina fundida rápidamente por dos veces consecutivas, con un período de reposo de 30 segundos entre cada inmersión.

Introducir el pan parafinado en el vaso de agua y determinar el nuevo peso (A).

Repetir el procedimiento con por lo menos diez panes o trozos y promediar las lecturas.

Calcular el volumen específico así:

$$V = \frac{A - B}{C \times d}$$

Siendo: V = volumen específico en cm^3/g

d = densidad del agua en g/cm^3

1.6.3 Análisis de Harinas

Métodos propuestos por AOAC o Hart y Fischer y estandarizado en el Laboratorio de Análisis de Alimentos del Departamento de Química. Facultad de Ciencias.

1.6.3.1 Toma y Preparación de la Muestra de Harina

La muestra que va a utilizar para análisis debe ser representativa del lote, para que los resultados obtenidos tengan validez.

Con este fin tomar porciones de las partes periféricas y centrales de los sacos, mezclar bien y hacer un cuarteo para reducir la muestra a unos 200 gramos. Guardar en frasco seco y bien tapado.

1.6.3.2 Análisis Físico

Observar la textura y si el color es normal y el sabor agradable. Tener en cuenta el color, el cual se puede comparar con harinas genuinas.

Observar con ayuda de un lente si existen parásitos.

Observar al microscopio y comparar la apariencia de los granos de su harina con los de las muestras patrón.

1.6.3.3 Análisis Químico

1.6.3.3.1 Agentes Mejorantes

Mezclar 20 gramos de harina con 20 cm^3 de agua destilada hasta formar una pasta suave, la cual utilizará en los próximos ensayos.

1.6.3.3.1.1 Bromatos. (Hart y Fisher adaptado).

Colocar una porción de la pasta (preparada anteriormente) en una cápsula de porcelana y mezclar con unas gotas de solución de yoduro de potasio al 0,5 % en HCl 2 N. La aparición de manchas oscuras indica la presencia de bromatos en la muestra.

1.6.3.3.1.2 Persulfatos

Mezclar un poco de harina húmeda con una gotas de solución de bencidina al 1 % (en alcohol), en presencia de persulfatos aparecen manchas azul oscuras.

1.6.3.3.1.3 Vitamina C

Se detecta por adición de unas gotas de solución de 2.6 diclorofenol-indofenol al 0.1% a la muestra húmeda. En presencia de vitamina C se producen manchas rosadas en pocos minutos.

1.6.3.3.2 Agentes Blanqueadores

1.6.3.3.2.1 Cloro

Mezclar 10 gramos de harina con 100 cm^3 de agua destilada. dejar en reposo durante 30 minutos y luego filtrar. Determinar el pH del filtrado (guardar el líquido para la determinación de óxidos de

nitrógeno). Las harinas poseen generalmente un pH entre 6 - 6,8; cuando han sido blanqueadas con cloro poseen un pH más bajo.

1.6.3.3.2.2 Cloro y Bromo. AOAC 14.033/84.

Extraer 30 gramos de harina con 50 cm^3 de éter de petróleo. Evaporar. Calentar un alambre de cobre en la llama incolora de un mechero de gas hasta que ya no comunique color verde a la llama. Introducir el extremo caliente en el aceite extraído y llevarlo nuevamente a la llama. Si se han utilizado cloro o bromo como agentes blanqueadores se producirá una coloración verde o azul.

1.6.3.3.2.3 Oxidos de Nitrógeno

Reactivos:

Reactivo A: Disolver 0,5 gramos de ácido sulfanílico en 30 cm^3 de ácido glacial y 120 cm^3 de agua destilada.

Reactivo B: Disolver 0,1 gramos de naftilamida en 120 cm^3 de agua destilada en ebullición, agregue 30 cm^3 de ácido acético glacial y filtrar.

Procedimiento:
A 50 cm^3 del filtrado obtenido en la determinación de cloro agregar 1 cm^3 de cada uno de los reactivos A y B, la producción de una coloración rosada intensa o roja en pocos minutos, se debe a la presencia de nitrógeno en forma de nitritos.

1.6.3.3.2.4 Peróxido de Benzoilo y Persulfatos

Reactivo de Rotherfusser. Triturar 1 gramo de sulfato de diparadiaminofenilamida con unos cm^3 de etanol en un mortero. Disolver con este solvente calentando a reflujo si es necesario. Completar a 100 cm^3 con etanol.

Procedimiento:

Extraer 1 gramo de harina con 3,5 cm^3 de éter de petróleo. Dejar sedimentar. Añadir 1,5 cm^3 del reactivo de Rotherfusser. La aparición de un color verde en el éter de petróleo indica la presencia de peróxido de benzoilo y la existencia de cristales azules en el sedimento es prueba positiva de persulfatos.

1.6.3.4 Observación del Gluten en la Harina de Trigo

Mezclar unos 20 a 25 gramos de harina con 10 cm^3 de agua o solución de NaCl al 2 % en un mortero, formando una pasta homogénea. Dejar en reposo una media hora y colocar la pasta formada sobre un tamiz fino. Lavar la pasta debajo de un chorro delgado de agua, hasta que esta sea clara.

Recoger los fragmentos que quedan sobre el tamiz y unirlos al gluten. Exprimir con las manos sobre una toalla hasta que no pase más humedad a la mano.

Observar el color, olor, elasticidad y tenacidad del gluten con lo cual puede darse cuenta de su calidad. Colocar en una cápsula previamente tarada. Secar a 100 °C por una hora. Pesar y determinar el porcentaje de gluten en la harina.

1.6.4 Análisis de Pastas Alimenticias

(Métodos normalizados en el laboratorio de análisis de alimentos, Departamento de Química, Facultad de Ciencias. U. N. Bogotá)

1.6.4.1 Preparación de la Muestra

Se utilizará para estos ensayos la muestra tal cual se presenta en el mercado. Observar su apariencia y anotar si se ve partida o entera.

Triturar mediante un mortero o molino, aproximadamente 100 gramos de muestra y almacenar la harina obtenida en un frasco seco y bien tapado. Sirve para las determinaciones de acidez y análisis próximo.

1.6.4.2 Determinación de Acidez

Pesar 10 gramos de la muestra recientemente molida. Añadir 100 cm^3 de agua y dejar en contacto durante una hora agitando 3 veces durante 2 minutos cada 20 minutos aproximadamente. Añadir unas gotas de indicador de fenolftaleína y titular con solución 0.1 N de NaOH. Calcular el contenido de ácido expresándolo e ácido láctico por 100 gramos de muestra.

1.6.4.3 Ensayo de Cocción y Desmenuzamiento

Procedimiento:

Colocar 500 ml de agua corriente y 2.5 gramos de cloruro sódico comercial en el vaso de precipitados de 1000 cm^3.

Calentar (a ser posible sumergido en un baño de aceite o de arena) a 150 °C.

Cuando el líquido esté a 95 °C, añadir 50 gramos de pasta (P_1) mezclando cuidadosamente para facilitar una completa distribución de la pasta.

Tapar el recipiente y cocer durante 25 minutos.

Agitar de vez en cuando con cuidado mediante una varilla, para evitar que se pegue al fondo.

Recoger la pasta cocida en un embudo Büchner, dejando escurrir durante 5 minutos y pesar (P_2).

Recoger el agua escurrida de la parte cocida en una probeta de 500 cm^3, dejando sedimentar durante 30 minutos.

Transcurridos los 30 minutos leer en la probeta el volumen (V) del depósito recogido en el fondo de la misma.

Cálculos

Con los datos precedentes quedan determinados:

% de agua absorbida $= 2(P_2 - P_1)$

% sedimento $= 2(V)$

1.7 BIBLIOGRAFIA

ABRAMS J.I., *Nutrición animal y dietética veterinaria.* Ed. Acribia, Zaragoza, 1965.

ANDERSON J. W., BRIDGES, S.R. *Dietary fiber control of selected foods.* Am. J. Clin. Nutr. 1988; 47:440-7

BECKER M., *Análisis y valoración de piensos y forrajes.* Ed. Acribia, España, 1961.

CENTRO REGIONAL DE AYUDA TECNICA. Administración de granjas avícolas. Boletín Agrícola No. 2194, México D.F., 1966.-----

----. Cuidado de las aves de corral en un clima suptropical semiárido. Infore No. 5. México D.F., 1965.

CHEFTEL, J. C. et al. *Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos.* Ed. Acribia. Zaragoza, España. 1983.

DEPARTMENT OF POLTRY SCIENCE. Poultry Nutrition Manual. Oklahoma St. Eniv., 1964.

E. MERCK DARMSTADT. *Métodos complementarios de valoración con titriplex.* 3ª edición. (No figura año de publicación).

FEED INDUSTRY RED BOOK. Pub by Conmunication Marketing Inc. 5100. Edina Industrial Evid, Copyright 1972.

GARCIA M.,RIVIERE L., *Merceología.* II Curso. Editorial Troquel S.A., Buenos Aires, Argentina, 1974.

GRIFFIN, R. C. *Tecnical methods of analysis.* Mc Graw Hill Book Co. 1955.

GOMEZ A., RINCON J., *Manual práctico de avicultura.* Ministerio de Agricultura, Bogotá, 1955.

HART F.L. y FISCHER, H.J. *Análisis moderno de los alimentos.* Ed. Acribia, Zaragoza, España, 1977.

HILL, A. E. *Botánica económica.* Ediciones Omega S.A., Barcelona, 1965.

INSTITUTO COLOMBIANO DE BIENESTAR FAMILIAR. *Tabla de composición de alimentos colombianos.* 4ª edición, Colombia, 1978.

JACQUOL R., FERNANDO R., *Las tortas alimenticias.* Ed. Acribia. Zaragoza, España, 1959.

MORRISON, F.B. *Feeds and feeding.* 22nd Ed. The Morrison Pub. Co. Clinton, Iowa, 1959.

NILS, G. ASP, CLAES, G. JOHANSSON. *Dietary fibre analysis.* Nutrition Abstracts and Reviws. Sep. 1984.

NILS G. ASP, CLAES, G., JOHANSSON, HALLMER, H., SILJESTROM, M. *Rapid enzimatic assay of insoluble and soluble dietary fiber.* J. of Agr. and Food Chem., 1983. *31*, 476.

OSBORNE, D.R., VOOGT. *Análisis de los nutrientes de los alimentos.* Ed. Acribia, España, 1986.

PIZZA, J,QUITIAN, J. N. Dr. Sc. *Tratamiento de datos por medio de la computadora, para la preparación de alimentos concentrados.* Rev. Colombiana de Quimica. 1977. Vol 7, pp. 37-48 ICONTEC 271. Segunda revisión. Cereales, muestreo (como grano).

ICONTEC 366. Segunda revisión. Industrias alimentarias. Maíz para consumo.

ICONTEC 420. Sémola de trigo.

ICONTEC 442. 1era. revisión. Industrias alimentarias. Cebada para consumo.

ICONTEC 484. Primera revisión. Soya para consumo.

ICONTEC 519. Tercera revisión. Industrias Alimentarias. Granos y cereales. Arroz con cáscara.

ICONTEC 529. Primera revisión. Granos y cereales. Cereales y productos cereales. Determinación del contenido de humedad. Método de referencia.

ICONTEC 536. Tercera revisión. Industrias alimentarias. Grano de ajonjolí (Sésamo) para uso industrial.

ICONTEC 602. 2da. revisión. Granos y Cereales. Sorgo o millo granífero para consumo.

ICONTEC 671. Segunda Revisión. Industrias alimentarias. Arroz pilado (blanco) para consumo.

ICONTEC 745. Primera revisión. Industrias alimentarias. Granos almacenados. Clasificación de insectos y ácaros.

ICONTEC 774. Granos y cereales. Determinación de la infestación oculta por insectos.

ICONTEC 791. 1era. revisión. Granos y cereales. Arvejas secas para consumo.

ICONTEC 806. Granos y cereales. Determinación del peso hectolitrico.

ICONTEC 863. Semilla y torta de algodón. Determinación del gíosipol libre.

ICONTEC 923. Primera revisión. Granos y cereales. Garbanzos secos para consumo.

ICONTEC 937. Primera revisión. Granos y cereales. Lenteja para consumo.

ICONTEC 1112. Primera revisión. Industrias agrícolas. Granos y cereales. Arroz con cáscara. Métodos de ensayo.

ICONTEC 1232. Granos y cereales. Determinación de las aflatoxinas.

ICONTEC 1475. Primera revisión. Industrias alimentarias. arroz descascarado para consumo.

ICONTEC 1643. Industrias alimentarias. Arroz precocido. Requisitos.

ICONTEC 1719. Industrias alimentarias. Arroz partido para consumo.

ICONTEC 2227. Granos y cereales. Maíz. Determinación de contenido de humedad (en granos enteros y en granos molidos).

ICONTEC 2641. Industria agrícola. Granos de Canola.

ICONTEC 2741. Industria agrícola. Granos de girasol.

ICONTEC 480. Leguminosas. Semillas de algodón.

ICONTEC 669. Industrias agrícolas, oleaginosas. Determinación del contenido de aceite y del indice de acidez.

ICONTEC 748. Industrias alimentarias. Oleaginosas. Maní (cacahuate).

ICONTEC 2228. Oleaginosas. Determinación del contenido de humedad y materia volátil.

ICONTEC 421. Embalaje. Alimentos para animales. Empaque y rotulado.

ICONTEC 476. Alimentos para animales. Productos y subproductos del arroz.

ICONTEC 479. Alimentos para animales. Fuentes de calcio y fósforo.

ICONTEC 485. Alimentos para animales. carbonato de calcio.

ICONTEC 516. Sal (NaCl) para consumo animal.

ICONTEC 535. Alimentos para animales. Subproductos del maíz.

ICONTEC 587. Industrias alimentarias e industrias de bebidas. Melaza de caña.

ICONTEC 603. Alimentos para animales. Determinación del flúor.

ICONTEC 644. Alimentos para animales. Harina de sangre.

ICONTEC 645. Alimentos para animales. Harina de alfalfa deshidratada.

ICONTEC 657. Alimentos para animales. Harina de huesos.

ICONTEC 670. Alimentos para animales. Derivados del trigo.

ICONTEC 685. Alimentos para animales. Harina de carne.

ICONTEC 699. Industria pecuaria. Alimentos para animales. Especificaciones.

ICONTEC 719. Alimentos para animales. Determinación de la digestibilidad en pepsina de la proteína de origen animal.

ICONTEC 740. Ind. pecuaria. Alimentos para animales. Toma de muestras.

ICONTEC 770. Cuarta revisión. Alimentos para animales. Tortas de granos o frutas de oleaginosas.

ICONTEC 771. Tortas de soya. Determinación de la úrea.

ICONTEC 971. Alimentos para animales. Determinación de carotenos y xantófilas.

ICONTEC 1342. Alimentos para animales. Fuentes de hierro.

ICONTEC 1404. Alimentos para animales. Sales mineralizadas y suplementos minerales. Determinación de fósforo total.

ICONTEC 1839. Industria pecuaria. Alimento concentrado para bovinos productores de leche.

ICONTEC 2107. Alimentos para animales. Alimento completo para aves.

CAPITULO II

FRUTAS Y HORTALIZAS Y SUS PRODUCTOS

2.1 INTRODUCCION

El valor alimenticio de las frutas y de las hortalizas se debe a que suministran al organismo cantidades, a veces apreciables, de proteínas, carbohidratos, minerales y vitaminas. Se denominan hortalizas a las verduras y legumbres que pueden ser utilizadas como alimento en forma natural. Se usa la denominación de verduras para distinguir las partes verdes y la de legumbres para designar las semillas y frutos de las leguminosas verdes. Muchas de ellas, especialmente las hortalizas, por su alto contenido en fibra, desempeñan un papel importante en el proceso digestivo. Se consumen generalmente frescas, desecadas, cocidas o conservadas en diferentes formas.

En las frutas y hortalizas frescas, el valor alimenticio es bajo debido a la gran cantidad de agua que contienen, con la consiguiente pobreza relativa en nutrientes. Las frutas y hortalizas secas son más nutritivas, ya que su bajo contenido en agua hace que se concentren los demás componentes.

Las frutas son estimulantes diuréticos, debido a los ácidos orgánicos y algunas de ellas son laxantes, especialmente cuando no han madurado completamente.

Las cebollas, los puerros y los ajos son verduras ampliamente usadas en el mundo entero, tanto crudas como preparadas en diversidad de formas, pero principalmente como condimento. Como fuente de energía son muy pobres; medio kilo de cebollas hervidas

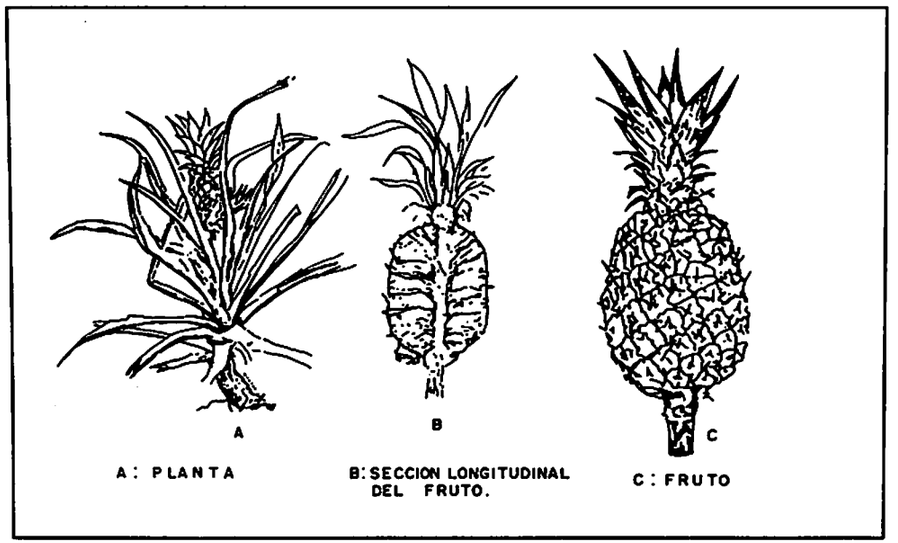


Figura 2.1 Piña o Anana

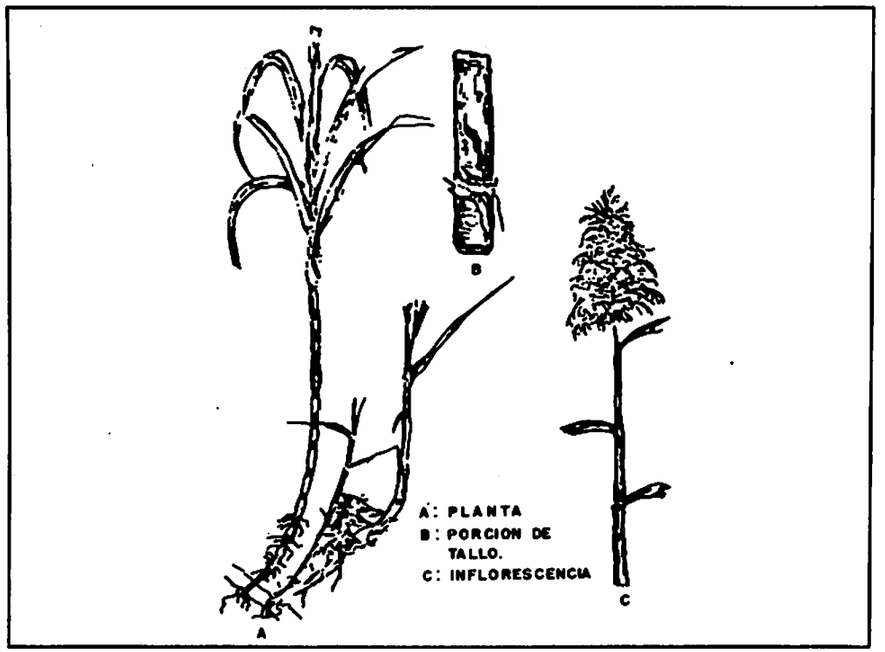


Figura 2.2 Caña de Azúcar

proporcionan 60 calorías, no tienen caroteno ni vitamina D y su contenido de vitamina C es muy escaso, lo mismo que su contenido de azufre, potasio y calcio; los puerros tienen un sabor más suave que las cebollas y sus contenidos de caroteno y vitamina C, como de minerales, son algo mayores que los de las cebollas.

El ajo se usa principalmente para condimentar y su aporte a la nutrición radica en las cualidades de palatabilidad que comunica a los alimentos que se condimentan con él.

El tomate crudo es una buena fuente de caroteno y vitamina C y aporta pocas calorías, pues 250 gramos de tomates crudos aportan solo 35 calorías. Este fruto contiene alrededor de 90 % de agua lo mismo que los pepinos, las berenjenas, los calabacines y los pimientos.

Entre las verduras de hoja podemos destacar las espinacas, que aportan 3.5% de proteína, fibra, además de calcio, hierro, caroteno y vitamina C y el brocolí que contiene hierro, calcio y vitamina C. Aún cuando el alto contenido de minerales y vitamina C se pierde fácilmente al cocinarlas, su aporte de fibra es definitivo para la buena alimentación de los demás alimentos que se ingieran simultáneamente.

Las papas y otros tubérculos son vegetales ricos en almidón y contienen cantidades útiles de caroteno, vitamina C y algo de proteínas.

Entre las raíces más utilizadas se cuenta con la zanahoria, las remolachas y los rábanos; estos vegetales proporcionan también pocas calorías pero son fuente de vitaminas; la zanahoria es rica en caroteno y las remolachas y rábanos contienen vitamina C; además son ricas fuentes de minerales.

Las frutas como manzanas, duraznos, papaya y las anonáceas son ricas en agua e hidratos de carbono, contienen generalmente algo de fibra y proteínas. Sin embargo tampoco suministran demasiadas calorías cuando se consumen frescas. En general son buenas fuentes de vitamina C y en el caso de las amarillas como el mango, son ricas en caroteno (Provitamina A).

2.2 COMPOSICION QUIMICA DE ALGUNAS HORTALIZAS Y FRUTAS

El siguiente Cuadro muestra como ejemplo el análisis próximo de algunos vegetales. Valores tomados de la Tabla de Composición de Alimentos Colombianos, publicada por el Instituto Colombiano de Bienestar Familiar

Figura 2.3 Ajo

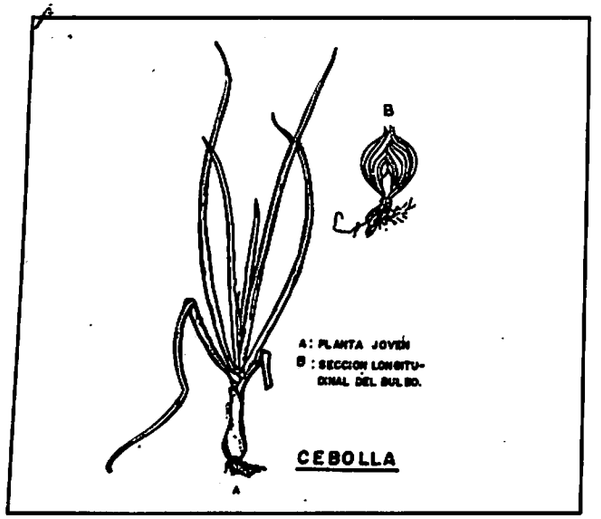


Figura 2.4 Cebolla

TABLA 2.1 COMPOSICION QUIMICA DE ALGUNAS FRUTAS Y HORTALIZAS

Alimento Contenido en 100 g de parte comestible

	Agua (g)	Proteina (g)	Grasa (g)	Carboh. (g)	Fibra (g)	Cenizas (g)
Ajo-pulpa de diente *Allium sativum*	64.2	4.7	0.1	28.2	0.7	1.5
Aji pimiento rojo. Sin semilla *Capsicum frutescens*	81.1	2.2	1.6	9.9	4.2	1.2
Cebolla común. Tallo sin hojas *Allim cepa*	91.6	1.2	0.1	5.3	1.3	0.5
Alverja verde. Grano entero *Pisum arvense*	66.4	8.2	0.3	21.1	3.0	1.0
Frijol verde. Grano entero	58.2	10.3	0.4	27.2	1.8	1.9
Habas verdes. Grano entero *Vicia faba*	65.7	9.9	0.3	18.3	4.5	1.3
Frijol rojo. Seco *Phaseolus vulgaris*	14.8	20.4	1.2	54.6	5.0	4.0
Garbanzo. Seco *Cicer arietinum*	13.0	19.6	5.5	55.7	3.4	2.8
Lenteja. Seca *Eurum lens*	12.6	23.5	0.6	56.5	4.4	2.4
Maiz tostado. Grano entero *Arachis hypogea*	2.7	29.6	50.4	12.8	1.8	2.7
Pepino cohombro. Sin cáscara *Cucumis sativas*	96.7	0.5	0.1	1.8	0.5	0.4
Lechuga común. Hojas enteras *Lactuca sativa*	95.1	1.1	0.2	1.9	1.0	0.7
Acelga.Tallos	94.5	0.8	0.1	2.1	0.9	1.6

Continúa...

Continuación

	Agua (g)	Proteína (g)	Grasa (g)	Carboh. (g)	Fibra (g)	Cenizas (g)
Tomate. Pulpa sin semillas *Licopersicum esculentum*	94.3	0.9	0.1	3.3	0.8	0.6
Espinaca. Hoja sin venas *Spinacea ole-racea*	89.7	3.5	0.3	3.3	1.1	2.1
Pepino de rellenar sin semillas *Cyclanthera pedata Schrad*	95.3	0.6	0.1	2.6	0.7	0.7
Brocoli tallos tiernos y flores *Brassica oleraceae* asparagoides	88.9	4.0	0.3	3.7	1.9	1.2
Berenjena sin cáscara *Solanum melongena L.*	92.6	1.0	0.0	3.9	2.0	0.5
Calabaza sin cáscara Cucurbita pepo	93.9	0.8	0.0	4.5	0.4	0.4
Habichuela entera	90.0	2.1	0.1	5.5	1.6	0.7
Alcachofa parte blanda interna *Cynara scolimus*	86.4	2.6	0.2	6.9	3.0	0.9
Apio. Tallos sin hojas *Apium graveolens L.*	92.8	0.7	0.1	4.3	0.9	1.2
Repollo. Hojas blancas *Brassica oleraceae L. capitata*	91.8	1.4	0.4	4.6	1.0	0.8
Coliflor. Flor *Brassica oleraceae L. botrytis*	89.7	3.0	0.1	4.8	1.4	1.0
Maiz tierno. Grano entero *Zea mays*----------	64.4	4.7	1.2	27.8	1.2	0.9
Guayaba rosada, sin semilla *Psidium guajaba L.*	86.0	0.9	0.1	9.5	2.8	0.7
Mango, sin cáscara ni semilla *Manguifera indica L.*	81.8	0.5	0.1	16.4	0.7	0.5

Continúa

Continuación...

	Agua (g)	Proteína (g)	Grasa (g)	Carbohidratos (g)	Fibra (g)	Cenizas (g)
Papaya. Sin semilla ni cáscara *Carica papaya L.*	90.0	0.5	0.1	8.1	0.8	0.5
Naranja. Sin semilla *Citrus aurantium*	89.0	0.7	0.1	9.0	0.7	0.5
Melón. Pulpa Cucumis melo	95.9	0.6	0.0	2.6	0.4	0.5
Piña. Pulpa *Ananas sativus*	85.1	0.4	0.1	13.5	0.5	0.4
Banano común *Musa paradisiaca*	74.8	1.2	0.1	22.0	1.0	0.9
Plátano hartón, maduro *Musa paradisiaca*	69.1	2.1	0.1	26.9	1.0	0.8
Plátano hartón, verde	59.4	1.2	0.2	37.8	0.5	0.9
Papa común con cáscara *Solanum tuberosum*	76.7	1.9	0.1	19.3	1.0	1.0
Remolacha, sin cáscara *Beta vulgaris*	87.2	1.4	0.0	9.6	0.8	1.0
Zanahoria, sin cáscara *Daucus carota*	88.9	0.7	0.1	8.4	1.1	0.8

Nombres latinos tomados de E. Pérez Arbeláez

2.3. PRODUCTOS INDUSTRIALES A PARTIR DE VEGETALES

Algunas hortalizas suelen conservarse en recipientes cerrados y esterilizados, previa cocción con agua y agregando el caldo de la cocción concentrado a una salsa o salmuera adecuada.

Entre los derivados de las frutas merecen citarse las frutas conservadas en recipientes cerrados y esterilizados, las jaleas y mermeladas, los jugos y néctares, las compotas infantiles, las frutas confitadas de las cuales tienen interés comercial las almendras cubiertas con una capa de azúcar.

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas en su Norma 695 da las siguientes definiciones para productos de frutas:

Jugo de Frutas: Líquido obtenido al exprimir frutas frescas, sanas y limpias, sin diluir, ni concentrar, ni fermentar.

Pulpa o Puré de Frutas: Producto obtenido de la desintegración y tamizado de la fracción (parte) comestible de las frutas, sin diluir, ni concentrar, ni fermentar.

Néctar concentrado de Frutas: Producto concentrado, elaborado con pulpa o jugo de frutas, edulcorantes naturales y ácidos permitidos, sin adición de saborizantes.

Jarabe de Frutas: Jarabe adicionado de jugo o pulpa de frutas.

Néctar y Fresco de Frutas: Productos constituidos por jugo o pulpa de frutas, adicionados de agua, edulcorantes y ácidos permitidos sin adición de saborizantes. Estos productos se diferencian por el contenido de sólidos, en el producto terminado.

Mermelada de Frutas: Producto pastoso obtenido por la cocción y concentración de pulpa o mezcla de pulpa y jugo de una o más frutas, adecuadamente edulcoradas, con la adición de agua o sin ella.

Jalea de Frutas: Producto de consistencia gelatinosa obtenida por la cocción y concentración del jugo clarificado de una o más frutas, adecuadamente edulcoradas, con la adición de agua o sin ella.

Jugo de Frutas Concentrado: Producto obtenido por la deshidratación parcial del jugo de frutas.

Pulpa de Frutas concentrada: Producto obtenido por la deshidratación parcial de la pulpa de frutas.

Frutas en su Jugo o en Almíbar: Productos constituidos por frutas a partir de frutas frescas y sanas, desprovistas o no de semillas y puestas en su propio jugo o jarabe.

Salpicón o Coctel de Frutas: Mezcla de trozos de diferentes frutas, conservadas en su propio jugo o jarabe.

Frutas Pasas: Las obtenidas por desecación natural de las frutas frescas.

Frutas Deshidratadas o Secas: Las obtenidas por la desecación mecánica de las frutas frescas.

Compota de Frutas: Pulpa de frutas adicionada de azúcares naturales y ácidos permitidos, procesada térmicamente y sin adición de preservativos (se diferencia de la mermelada por su consistencia final).

Frutas Congeladas: Frutas, o partes de las mismas, sometidas a un punto óptimo de congelación, con adición o no de edulcorantes naturales y sustancias protectoras permitidas.

Frutas Confitadas: Frutas o partes de las mismas, tratadas con jarabe que permita su conservación, presentadas como producto seco o semi seco.

Dulces de Frutas: Frutas o partes de las mismas, cocidas en almíbar.

2.4. ALTERACIONES DE LOS VEGETALES FRESCOS Y USO DE PLAGUICIDAS

En la industrialización de frutas y verduras se debe tener en cuenta que la materia prima es un producto vivo, que sufre cambios muy rápidamente y se altera fácilmente.

Las frutas pueden sufrir alteraciones debidas a sus propios fermentos o enzimas, que pueden producir modificaciones en sus componentes. También pueden ser atacadas por gusanos, insectos, bacterias y hongos.

En cambio, las frutas secas se conservan mejor ya que a acción de los microorganismos es casi nula por ser difícil su desarrollo en un

medio desprovisto de humedad, sin embargo, debe hacerse la salvedad de que estos pueden estar presentes en estado latente.

Las hortalizas, antes de la cosecha son también atacadas por insectos y gusanos y por la invasión de hongos y otros parásitos.

Este peligro, y la creciente industrialización de los alimentos, ha hecho extensivo el uso de insecticidas, fungicidas, rodenticidas y herbicidas durante el período de cultivo y en el inmediato post cosecha.

Sin embargo, estas sustancias pueden constituirse en contaminantes de las materias primas y aún volverse fuente de toxicidad en los alimentos procesados, por lo que es importante tener en mente que cuando se manejan estas materias primas, el estudio de residuos de plaguicidas debe tener prioridad.

Dicho estudio debe enfocarse en orden a: Determinar cuál es la cantidad mínima necesaria para combatir una determinada plaga; cuánto tiempo debe transcurrir entre el último tratamiento y la industrialización de la materia prima; cuál es la máxima cantidad de plaguicida tolerable por el consumidor y cuál sería el tratamiento recomendado para eliminar los posibles residuos.

Es importante tener en cuenta estos conceptos cuando se estudie en detalle la tecnología de frutas y verduras.

2.5. ANALISIS PARA CARACTERIZACION DE SUSTANCIAS VEGETALES Y PRODUCTOS INDUSTRIALES CON BASE EN ELLAS

2.5.1. Preparación de la Muestra

La preparación de las muestras de frutas y hortalizas difiere, de acuerdo con el tipo de análisis que se va a realizar. Si se trabaja únicamente con el jugo del limón o de la naranja para determinar su contenido de vitamina C, por ejemplo, es necesario extraerlo de la fruta. Si se va a analizar una muestra de plátano, es necesario separarlo de la cáscara, molerlo, secarlo, pulverizarlo y envasar la harina obtenida en un frasco hermético, determinando previamente la humedad.

En la mayoría de los casos, hay que determinar primero el contenido de agua y proceder luego a los demás análisis. El tipo de

análisis que se debe aplicar a una sustancia vegetal depende, al igual que para otras muestras, de la finalidad de sus resultados.

2.5.2 Tipos de Análisis Aplicados

En el caso de materiales frescos de composición desconocida y que quisiéramos clasificar, se aplica el análisis próximo sobre la harina (Capítulo I, Farináceas) obtenida de la porción comestible presecada.

Para esto es necesario determinar el contenido total de agua inicial y con este dato calcular los parámetros analizados para expresarlos en base húmeda y calcular su valor energético. Muchas veces se expresan también los resultados en base seca.

Cuando se trata de materiales que van a ser sometidos a un determinado proceso de conservación se aconseja conocer determinados parámetros que se desean conservar en el producto, por ejemplo, los contenidos minerales y vitaminas propios del vegetal; en otras ocasiones se necesita conocer el nivel de contenido de determinadas sustancias que pueden incidir en el proceso al cual va a ser sometido, por ejemplo, los contenidos de azúcares, pectina y ácidos en su jugo o pulpa de fruta destinada a la manufactura de mermeladas.

Si se trata de los productos de frutas y verduras los parámetros que se deben analizar son aquellos que permitan decidir si dicho producto cumple los requisitos para su consumo y así, detectar cualquier defecto derivado, por ejemplo, por fallas en cualquier etapa de su elaboración; de este tipo son las determinaciones de balance azúcar/ácido, presencia de aditivos como preservativos, colorantes, edulcorantes, saborizantes, aromatizantes y otros.

A continuación se expone el fundamento teórico de algunas de las determinaciones más usadas, en un laboratorio corriente de una industria, para diferentes parámetros.

2.5.3 Aditivos en Productos de Frutas y Verduras

Es importante para el control de calidad de alimentos, conocer qué aditivos pueden encontrarse comunmente en el análisis de un producto.

Consideramos "aditivos para alimentos" las sustancias añadidas intencionalmente, por lo general en pequeñas cantidades, para mejorar las propiedades de apariencia, sabor, textura o

almacenamiento (Ferreira, 1980), excluyendo las sustancias agregadas para aumentar el valor nutritivo tales como vitaminas y minerales y las sustancias presentes en el alimento por vía casual o no intencional.

En productos de frutas se utilizan principalmente preservativos, colorantes y edulcorantes.

2.5.3.1 Preservativos

Entre los preservativos podemos nombrar:

-El benzoato de sodio y el ácido benzoico.

Previenen el deterioro de los alimentos por la acción de bacterias y levaduras, aún cuando no son muy efectivos contra los hongos. Se usan principalmente en medio ácido pH 2,5 - 4. No producen toxicidad en el hombre en dosis hasta de 0,5 g/día.

-Acido sórbico y el sorbato de potasio.

La sal sódica es más soluble en agua que el ácido pero este es más activo, principalmente contra hongos y levaduras y, en menor escala, contra bacterias. Es menos tóxico el ácido sórbico que el benzoico, el cual actúa muy poco sobre *Clostridium parabotulinum*. El ácido sórbico y su sal de potasio se usan a pH 6,0 - 6,5; pueden degradarse por acción química comunicando aromas y sabores extraños al alimento.

-Anhídrido sulfuroso, su ácido y sus sales de sodio y potasio.

Estas sustancias se utilizan comunmente en medio ácido a un pH de 2,5 - 3,5, inhiben el crecimiento de hongos, levaduras y bacterias. Se utilizan como inhibidores del oscurecimiento enzimático y no enzimático y por su carácter reductor pueden causar decoloración en los jugos coloreados; sin embargo este proceso es reversible por calentamiento. Comunican sabor picante a las sustancias que los contienen y destruyen la vitamina B_1.

-Otros

Los formiatos de metilo y etilo y los óxidos de etileno y de propileno, se usan para preservar alimentos secos o semi secos contra levaduras, hongos y bacterias.

2.5.3.2 Colorantes

Los colorantes se agregan para que los productos de un proceso presenten los colores de las materias primas frescas, o para mejorar la apariencia del producto ya que esta influye decisivamente en su aceptación por parte del consumidor (Ver Norma ICONTEC No. 409).

Sin embargo, los colorantes permitidos son principalmente de origen natural, como el achiote o anato, pues son muy pocos los de origen sintético que pueden considerarse como seguros.

En general se añaden en cantidades muy pequeñas y la determinación cuantitativa en un producto se efectúa generalmente por métodos cromatográficos (Marmond 1984). Colombia aún no tiene reglamentado el uso de estas sustancias, pero como una guía se consigna a continuación la última lista de colorantes permitidos en Estados Unidos según la FD & C; en esta Tabla se dan también los nombres dados por otros autores.

TABLA 2.2 ADITIVOS DE COLOR CERTIFICADOS POR LA F.D. & C Y REPORTADA EN NOVIEMBRE DE 1983 (MEGGOS 1984)

Lista permanente

Nombre F.D. & C.	También conocido como:	
Azul No. 1	Indice Merck 1350/83 CI Blue acid Food blue	Azul brillante FCF Colour Index 4,4385 (1971)
Rojo No. 3	Indice Merck 3637/83 CI Food Red 14 acid red 51	Eritrosina Colour Index 4,4428 (1971)
Amarillo No. 5	Indice Merck 8947/83 Colour Index 4,4132 (1971)	CI Food yellow 4
Rojo No. 40	Indice Merck 278/83	
Rojo No.40 (laca)	Allura (R) Red AC.	CI Food red 17
Verde No. 3	Indice Merck 3876/83 Food Green 3	Fast green FCF

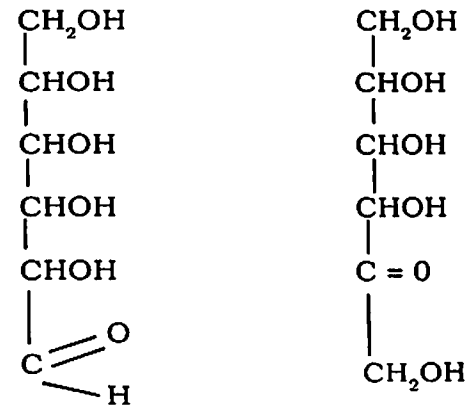
Rojo para cítricos No. 2	Se especifica que se puede usar solo para colorear la cáscara de las naranjas con un límite máximo de 2 p.p.m.
En lista provisional	
Nombre F.D. & C.	**También conocido como:**
Azul No. 1 laca	
Rojo No. 3 laca	
Amarillo No. 5 laca	
Azul No. 2	Indice Merck 4835/83 Indigo car min. Azul ácido 74. Colour index 4,4597 (1971)
Azul No. 2 laca	
Amarillo No. 6	Indice Merck 8885/83 Sunset Ye llow FCI Amarillo naftol
Amarillo No. 6 laca	Food yellow 3 Colour Index 4,4087 (1971).
Salieron de lista	
Rojo No. 1	Indice Merck 7461/83 Ponceau 3R IC Food red 6.
Rojo No. 4	Indice Merck 7462/83 Ponceau SX IC Food red I
Verde No. 2	Indice Merck 5312/83 Amarillo verdoso SF

2.5.3.3 Edulcorantes

Como edulcorantes nutritivos se permite añadir sacarosa, glucosa, fructuosa, miel, malta y sorbitol. Entre los no nutritivos está permitida la adición de la sacarina y sus sales de sodio y potasio y recientemente se ha introducido el aspartamo o Nutra Swett.

2.5.3.3.1. Glucosa y Fructuosa

Pertenecen al grupo de los monosacáridos, los cuales no pueden desdoblarse en otros carbohidratos más sencillos. Según tengan en su molécula la función aldehído o la función cetona, se dividen el aldosas y cetosas. Según el número de átomos de carbono se denominan triosas, tetrosas, pentosas y hexosas, siendo estas últimas las más importantes.



Glucosa (aldohexosa)

Fructuosa (cetohexosa)

La glucosa se conoce también con el nombre de dextrosa o azúcar de uva. Existen de ella isómeros ópticos que se diferencian por su acción sobre la luz polarizada: La D-glucosa dextrorrotatoria, la L-glucosa levorrotatoria y la glucosa racémica que es inactiva.

La glucosa es reductora; reduce el reactivo de Fehling y el nitrato de plata amoniacal, debido a la función aldehído que posee.

Es fermentable, como ya vimos, dando, en presencia de algunos fermentos, alcohol y anhídrido carbónico:

$$C_6H_{12}O_6 \text{ -----> } 2C_2H_5OH + 2CO_2$$

La glucosa se presenta como un sólido blanco, soluble en agua y cuyo poder edulcorante es menor que el de la sacarosa.

Lo mismo que esta, al fundir da una masa llamada caramelo utilizado como colorante de algunos alimentos y bebidas. Sustituye a la sacarosa en la industria dulcera y se utiliza, lo mismo que la sacarosa,

en la industria vinícola para adicionarla a los mostos pobres en azúcares, para aumentar su poder fermentable. Se puede obtener por desdoblamiento del almidón o de la sacarosa por acción de ácidos diluidos (HCl, H_2SO_4); se obtiene, como ya vimos, azúcar invertido y la D-glucosa puede separarse por cristalización.

La fructuosa, llamada también levulosa o azúcar de frutas, es un sólido blanco, soluble en agua y alcohol, cristaliza lentamente en agujas finas; su solución es fuertemente levorrotatoria (-106°).

La mezcla D-glucosa y fructuosa se conoce con el nombre de azúcar invertido porque su poder rotatorio es el inverso del que tiene la sacarosa; hay que aclarar que a pesar de ser la D-glucosa dextrorrotatoria en una mezcla de las dos, predomina el poder levorrotatorio de la fructuosa. En la industria azucarera la palabra 'glucosa" se usa generalmente para mencionar los azúcares reductores (dextrosa, levulosa y demás sustancias reductoras).

2.5.3.3.2 Sacarosa o Azúcar de Caña

Se obtiene de los tallos de la caña de azúcar *(Saccharum officinarum*, Fam. Gramineas), (ver Figura 2.2), de la cual se conocen distintas variedades. Estos tienen de 2 a 6 metros de altura, divididos en segmentos de unos 15 centímetros de longitud y 6 centímetros de espesor, llenos de un parénquima por el cual circula el jugo azucarado, cuya composición varía con la variedad de la caña, terreno, clima, etc. Contiene alrededor de un 13% de sacarosa y trazas de glucosa y fructuosa; su reacción es ácida por la presencia de ácidos orgánicos libres (Succínico, cítrico y málico); contiene también algunos aminoácidos (leucina, glicocola, etc); entre las sustancias minerales, predomina la sílice.

2.5.3.3.3 Algunos Derivados Azucarados

Miel de Caña. Es la melaza resultante de la elaboración del azúcar de caña, está constituida por una mezcla de sacarosa y azúcar invertido.

Panela. Se obtiene concentrando el jugo de la caña de azúcar hasta obtener un producto de alta densidad, el cual se deja solidificar en panes.

Miel de Abejas. Producto elaborado por las abejas *(Apis mellifica y Apis ligüstica)* con el néctar de las flores; una vez lleno el panal, las abejas lo concentran y por la acción de la invertasa desdoblan la sacarosa dando azúcar invertido.

La miel es un líquido viscoso, transparente, de color ámbar hasta pardo, de acuerdo con la procedencia. Con el tiempo se enturbia por cristalización de la glucosa, mientras que la fructuosa queda en solución.

Hay que observar que existen mieles procedentes de líquidos vegetales diferentes al néctar de las flores, como las mieles de coníferas y hay mieles tóxicas procedentes del néctar de plantas venenosas.

Además del azúcar invertido, en la miel puede encontrarse sacarosa y pequeñas cantidades de gomas, dextrina, enzimas, ceras, sustancias colorantes y aromáticas, granos de polen, ácidos orgánicos y sustancias minerales, principalmente fosfatos.

2.5.3.3.4 Determinación del Contenido de Azúcares

Los azúcares presentes en una muestra de azúcar comercial o de algún producto azucarado se determinan cuantitativamente por métodos físicos (ópticos) o por métodos químicos. Para la identificación cualitativa de los azúcares presentes, se utilizan generalmente métodos cromatográficos en papel o en cromatografía de gases.

2.5.3.3.4.1 Método de Fehling - Soxhlet

Cuando se usan métodos químicos, el más aconsejable es el que utiliza el reactivo de Fehling - Soxhlet, que, como veremos más adelante, precipita óxido cuproso (Cu_2O) en presencia de una sustancia reductora. El método puede ser volumétrico o gravimétrico. Las metodologías más conocidas son la gravimétrica propuesta por Munson y Walker y la volumétrica propuesta por Eynon-Lane.

Para la aplicación de estas metodologías es necesario primero clarificar las muestras, para lo cual utiliza el acetato neutro o básico de plomo; el exceso de plomo es necesario eliminarlo precipitándolo como oxalato, pues interfiere en las determinaciones.

a. Método Gravimétrico de Munson y Walker

Es un método de amplia aplicación para la determinación de azúcares reductores tales como dextrosa, azúcar invertido y sacarosa (después de la inversión), lactosa y sacarosa (después de la inversión), maltosa, etc., correspondientes a las cantidades de cobre reducido en presencia de estos azúcares. En este método gravimétrico puede

pesarse el Cu_2O, cuando se analizan materiales de alta pureza como el azúcar refinado (sacarosa).Cuando se trata de muestras de panela, miel de caña, etc, es más exacto oxidarlo a CuO o mejor, reducirlo a Cu metálico, pues en estos casos el Cu_2O ocluye impurezas que aumentan el peso del precipitado de Cu_2O.

Puede comprobarse el método gravimétrico con el método volumétrico (yodométrico) de Low, disolviendo el precipitado de Cu_2O en un ácido (generalmente nítrico) agregando yoduro de potasio y titulando el yodo puesto en libertad, con una solución valoradora de tiosulfato de sodio y efectuando la corrección necesaria.

Este último método se basa en las siguientes reacciones:

Disolución:

$$Cu - 2e^- \longrightarrow Cu^{++}$$

$$NO_3^- + 4H^+ + 3e^- \longrightarrow NO + 2H_2O$$

Valoración:

$Cu^{++} + I^- + 1e^- \longrightarrow CuI$ peq Cu = p.at

$2I^- - 2e^- \longrightarrow I_2$

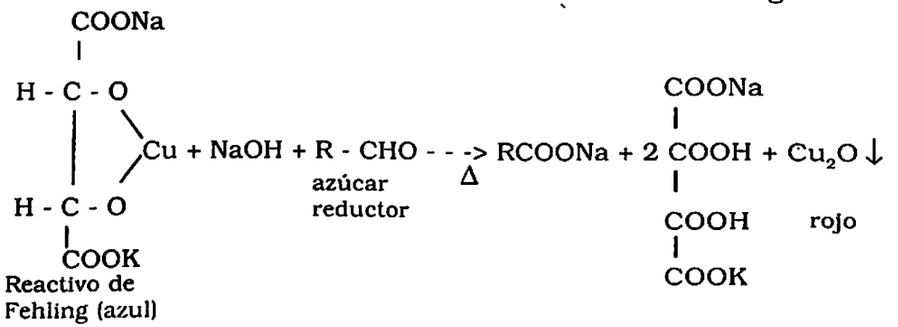
$I_2 + 2e \longrightarrow 2I^-$

$2S_2O_3 - 2e^- \longrightarrow S_4O_6^=$

El contenido de cobre es proporcional al azúcar presente y se puede calcular según la Tabla de Hammond (Final del capítulo) AOAC 52.019/84.

b. Método Volumétrico de Eynon - Lane

Este método de mucho uso en la determinación de azúcares reductores se fundamente también en la reacción de Fehling.



La solución inicialmente azul por la presencia del complejo de cobre se empalidece al precipitar el óxido y en el punto final debe quedar completamente incolora. Para la titulación se usa como indicador de punto final el azul de metileno el cual es intensamente azul en su forma oxidada e incoloro en su forma reducida. Las condiciones experimentales de este método deben seguirse rigurosamente con el fin de obtener resultados concordantes; conociendo la cantidad del reactivo de Fehling, es decir su título analítico, se puede conocer el contenido de azúcar presente en una muestra, por comparación con la misma parte alícuota del reactivo.

La Tabla AOAC 52.017/84 y 52.018/84 incluidas al final del capítulo, son de gran ayuda para los cálculos. Algunas personas sin embargo, prefieren titular el Fehling contra un patrón de azúcar de concentración conocida, para garantizar sus propios resultados.

Para calcular el porcentaje de sacarosa y de azúcar invertido en una mezcla, se procede así: El azúcar invertido se obtiene directamente de la determinación del cobre antes de la inversión. La diferencia entre el porcentaje de azúcares calculados como dextrosa (glucosa) después y antes de la inversión multiplicada por 0.95 da la sacarosa, ya que esta produce por inversión azúcar invertido en la proporción de 100 a 95.

2.5.3.3.4.2 Métodos Opticos

a. Métodos Polarimétricos

El instrumento empleado es el polarímetro, cuya escala está dividida en tal forma que se pueden leer grados de círculo. Algunos instrumentos tienen otra escala, la escala Ventzke en la cual se lee porcentaje de azúcar, por lo cual el instrumento toma el nombre de Sacarímetro.

La sacarosa lo mismo que muchos azúcares y otras sustancias tienen la propiedad de hacer girar el plano de polarización de un rayo de luz, propiedad que se aprovecha en la construcción de los polarímetros.

La polarización de un rayo de luz se consigue haciéndolo pasar por un prisma Nicol fabricado del corte de un romboedro de espato de Islandia transparente. Se corta el prisma en dos partes por los ángulos obtusos y las superficies se pulen y se unen otra vez con bálsamo del Canadá.

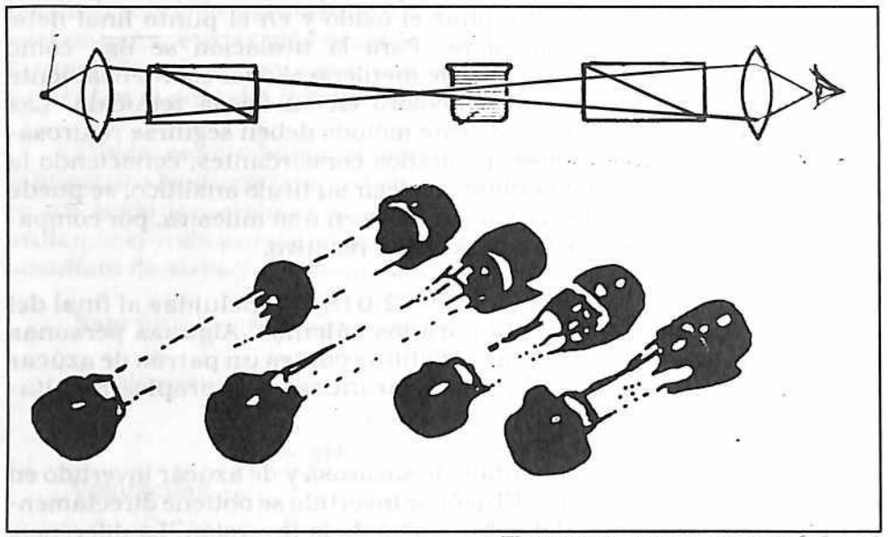


Figura 2.5. Polarímetro

Figura 2.6. Tubos de Polarizacion

Cuando un rayo de luz atraviesa el prisma se divide en dos: un rayo ordinario que es reflejado del prisma por el bálsamo y el otro extraordinario (polarizado) que pasa por el polarimetro. Ya vimos que de acuerdo con el azúcar que se analiza, el plan de polarización gira a la derecha o a la izquierda. El número que expresa esta propiedad se llama "poder rotatorio especifico, el cual corresponde al ángulo de rotación que produciria un liquido que contuviera un gramo de sustancia activa en un centimetro cúbico, cuando el rayo de luz polarizada atravesara una capa de liquido de un centimetro de espesor. El poder rotatorio especifico se expresa por la siguiente fórmula:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{100\,\alpha}{lc}$$

en donde:

α = ángulo de desviación a la derecha (+) o a la izquierda (-) observado, expresado en grados de círculo o decimales de los mismos.

l = longitud de la capa de liquido en dm.

c = concentración de la solución en g/100 cm^3 medidos a 20°C.

$[\alpha]_D^{20}$ = rotación específica

D =Línea brillante amarilla de la luz de sodio (línea D); es la luz generalmente usada para la observación polarimétrica en grados de círculo.

20 = temperatura a la cual debe hacerse la lectura. °C

De suerte que si se tiene un tubo de observación de longitud fija, dentro del cual va la solución azucarada, una temperatura normal (20 °C) y la misma clase de luz, la rotación dependerá de la concentración del azúcar en la solución.

Las propiedades ópticas de los azúcares, del espato de islandia (y también del cuarzo) se han aprovechado para la construcción de polarímetros. Estos instrumentos son de dos clases; los llamados de penumbra y los de color de transición, estos últimos ya en desuso. Los de penumbra se construyen de tal forma que unos requieren para la iluminación luz blanca y otros (los más usados) requieren luz monocromática amarilla, suministrada por una lámpara de sodio.

Los polarímetros deben, como todos los instrumentos que se utilizan para efectuar análisis, comprobarse frecuentemente, ya que se descalibran con facilidad. Para los polarímetros se construyen prismas de cuarzo dextro y levorrotatorios con los cuales se comprueba su exactitud y si es el caso, se hacen las correcciones necesarias en las lecturas polarimétricas.

Método Polarimétrico Directo

Este método empírico se fundamenta en la polarización producida por una cantidad de sacarosa e condiciones preestablecidas así:

Peso normal de sacarosa corresponde a 26,0000 gramos de sacarosa pura, contenidos en 100 cc de una solución acuosa. Llenando un tubo de polarización de 200 mm de longitud y haciendo la lectura en un sacarímetro de escala Ventzke, a la temperatura de 20 °C, se obtiene una rotación de 100. Este peso fue denominado peso normal por la comisión Internacional de Métodos Uniformes de Análisis de Azúcares, reunida en París en 1900. Trabajando en estas condiciones con la muestra que se analiza y haciendo la lectura en un sacarímetro, se obtiene directamente el porcentaje de sacarosa. Si la temperatura a la cual se hace la lectura difiere de la establecida es necesario hacer correcciones.

Según lo dispuesto en el AOAC 31.022/84 la polarización para azúcar refinado que se hace a otras temperaturas debe corregirse por la siguiente fórmula:

$$P_{20} = O_t [1 + 0.0003 (t - 20)]$$

donde:

P_t = Polarización leída a la temperatura t

En el caso que sean productos menos puros se usa la fórmula:

$$P_{20} = P_t + 0.0015(P_t - 80)(t - 20)$$

y en el caso que exista mezcla de sacarosa y fructuosa y el porcentaje de fructuosa se conozca, se usa la fórmula:

$$P_{20} = P_t + 0.0003\ S\ (t - 20) - 0.00812\ F\ (t - 20)$$

donde S es el porcentaje de sacarosa y F el porcentaje de ructuosa.

Método de Doble Polarización

También es muy utilizado el método de doble polarización o sacarosa Clerget.

El método se basa en efectuar una lectura de la polarización antes y otra después de la inversión, para eliminar la influencia de otras sustancias ópticamente activas que pueden estar presentes en los productos de la caña de azúcar; estos contienen tres azúcares: sacarosa (+), glucosa (+) y fructuosa (-), siendo la polarización directa el resultado de las polarizaciones de estos tres azúcares; por el método de Clerget se verifica además de la polarización directa, una segunda polarización después de la inversión de la sacarosa. La rotación óptica de los otros azúcares permanece inalterable y el cambio en la lectura polarimétrica antes y después de la inversión corresponde a la inversión de la sacarosa. Esta se calcula dividiendo el cambio en la lectura polarimétrica por el factor Clerget; este factor constante, representa la diferencia algebraica en las lecturas polarimétricas de sacarosa pura, antes y después de la inversión, siguiendo las especificaciones del método. Es necesario además efectuar la corrección de temperatura, teniendo en cuenta la temperatura polarimétrica (mayor o menor de 20 °C) como se explicó anteriormente.

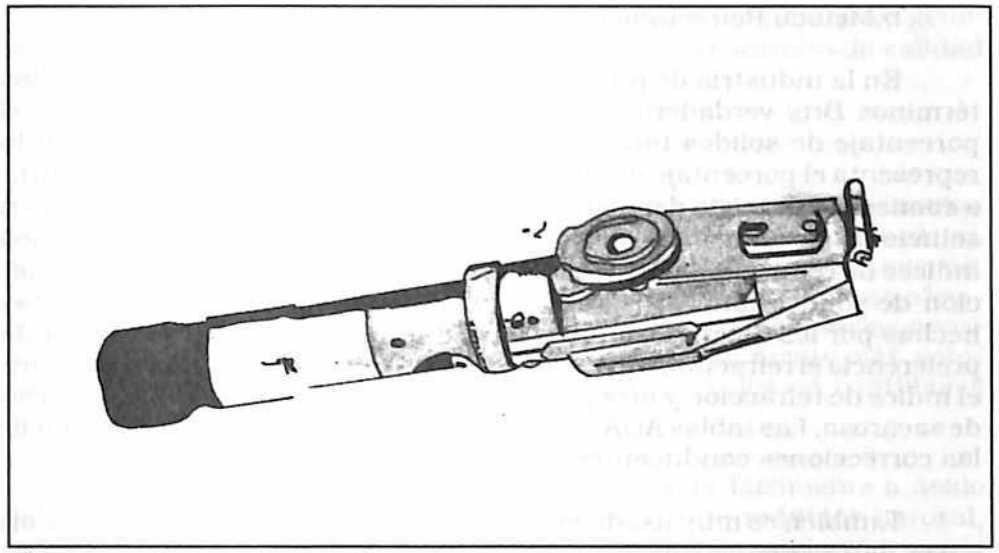


Figura 2.7. *Refractómetro Manual*

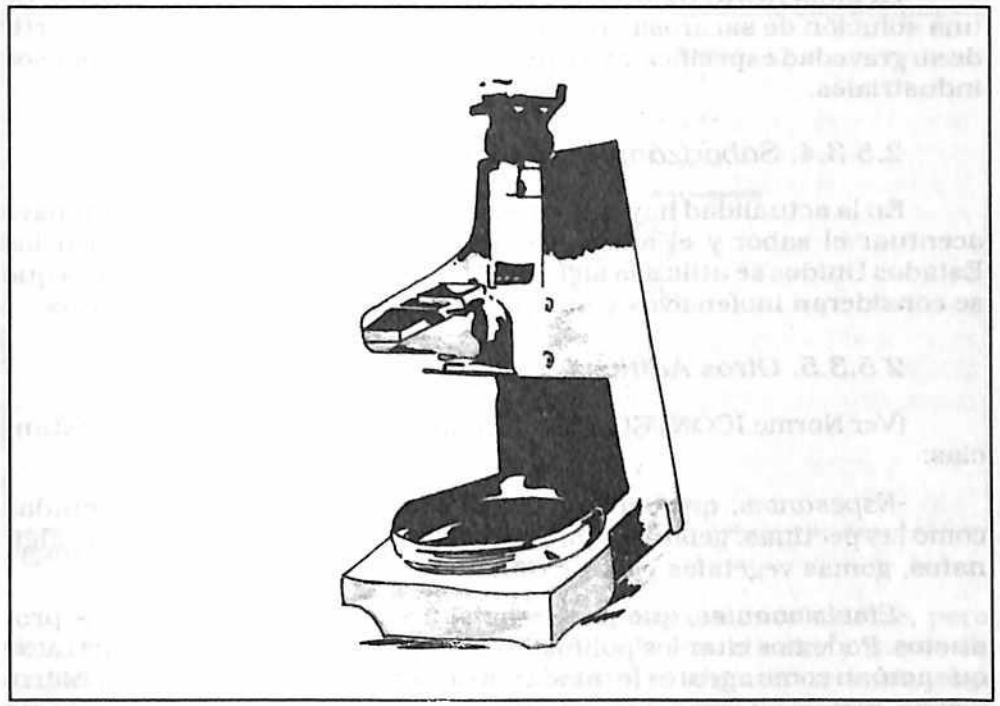


Figura 2.8. *Refractómetro de Mesa*

b.Método Refractométrico

En la industria de productos azucarados son de uso común los términos Brix verdadero y Brix aparente; el primero representa el porcentaje de sólidos totales obtenidos por desecación, el segundo representa el porcentaje de sólidos solubles en agua. Tolman y Smith, a comienzos del siglo demostraron que la mayoría de los azúcares en soluciones de la misma concentración por ciento, tienen los mismos índices de refracción, propiedad que se aprovecha para la determinación de sólidos totales, los cuales se calculan por medio de tablas hechas por los mismos autores. Para su determinación se utiliza de preferencia el refractómetro de Abbé el cual tiene dos escalas: una para el índice de refracción y otra para los grados Brix o porcentaje en peso de sacarosa. Las tablas AOAC 52.008/84 y 52.012/84 permiten hacer las correcciones conducentes a los cálculos.

También es muy usado el refractómetro Zeiss de inmersión, con cuyos datos se construyó la tabla AOAC 52.013/84, también la AOAC 52.016/84 para corregir las lecturas a diferentes temperaturas.

La tabla AOAC 52.008/84 permite calcular la concentración de una solución de sacarosa en grados Baumé o en grados Brix a partir de su gravedad específica y viceversa, datos muy útiles en los procesos industriales.

2.5.3.4. Saborizantes y Aromatizantes

En la actualidad hay numerosas sustancias que se utilizan para acentuar el sabor y el aroma de los alimentos procesados. En los Estados Unidos se utiliza la sigla GRAS para indicar los productos que se consideran inofensivos y que pueden añadirse a los alimentos.

2.5.3.5. Otros Aditivos

(Ver Norma ICONTEC 1582). En la industria se utilizan sustancias:

-*Espesantes*, que mejoran el aspecto de alimentos y bebidas como las pectinas, gelatinas, proteínas de leche o de suero, agar, alginatos, gomas vegetales y carboximetilcelulosa.

-*Emulsionantes*, que pueden mejorar la estabilidad de los productos. Podemos citar los polifosfatos, gluconatos, citratos y tartratos que actúan como agentes formadores de complejos con el calcio, hierro y otros metales y otros que actúan como agentes tensoactivos como glicerina, sorbitol y manitol.

El control analítico de estas sustancias en los productos generalmente no es necesario; si este responde a otros controles de calidad de rutina.

-Vitamina C

La vitamina C o ácido ascorbico, pertenece a las sustancias hidrosolubles, compuestos químicos que actúan como catalizadores de las funciones metabólicas y que no son sintetizados por el cuerpo. En general, las vitaminas hidrosolubles (C y complejo B) no son almacenadas en el organismo y por eso es necesario suministrarlas constantemente. Las frutas y verduras maduras son su fuente más apropiada aun cuando también existe en los tubérculos en cantidades menores

Químicamente el ácido ascórbico se oxida fácilmente a ácido dehidroascórbico, constituyéndose así en agente reductor natural, ampliamente distribuido en el mundo vegetal. La oxidación puede continuar hasta formar ácido dicetogulónico. Los dos primeros compuestos son los que tienen importancia en el proceso de nutrición.

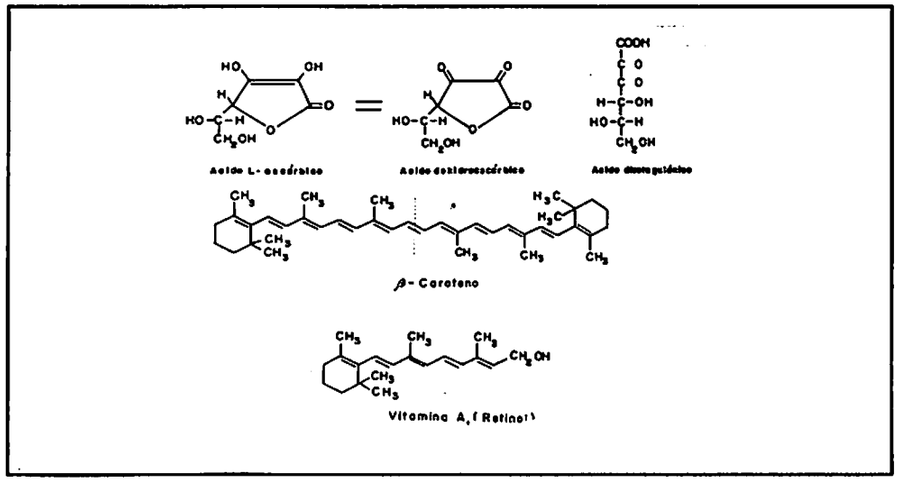


Figura 2.9 *Estructura de algunas vitaminas*

En solución ácida la vitamina C es más o menos estable, pero tiende a oxidarse fácilmente por acción de la luz, el calor y trazas de metales como el cobre y el hierro. Además, el almacenamiento y los procesos de cocción tienden a disminuir la concentración inicial presente en los vegetales frescos.

Existen varios procedimientos para determinar la vitamina C; entre ellos podemos citar el método de titulación de oxidación-reducción con 2,6 diclorofenol indofenol y el de oxidación del ácido ascórbico a dehidroascórbico, el cual forma un complejo fluorescente con la o-fenilénidiamina con intensidad proporcional al contenido de dehidroascórbico.

Otro método muy utilizado es el de la 2-nitroanilina o método de Mohr. En este método el ácido ascórbico, por tratamiento con la 2-nitroanilina diazotada, da lugar al derivado 2-nitrofenilhidrazida del ácido oxálico, el cual, en presencia de un exceso de NaOH, forma una sal sódica de color violeta cuya absorbancia se mide a 540 nm.

La presencia de otras vitaminas, compuestos sulfhídricos, ácido sulfuroso, etc., no influye en la determinación de ácido ascórbico por este método.

Si el producto de la reacción entre el ácido ascórbico y la 2-nitroanilina se extrae con isobutanol y luego se trata con NaOH para obtener la formación del complejo rojizo violeta, la especificidad y sensibilidad se incrementan. Con tal modificación pueden analizarse cuantitativamente cantidades tan pequeñas como 0,5 mg de ácido ascórbico por centímetro cúbico.

Por el contrario, si la reacción se realiza prescindiendo de la extracción con isobutanol, se necesita una concentración mínima del orden de los 10 mg/cm^3 de ácido ascórbico.

El método es adecuado para la determinación del ácido ascórbico en frutas, zumos, alimentos suplementados con la vitamina y en preparaciones farmacéuticas. Aunque el método de Mohr (extracción con isobutanol) tiene aplicación muy amplia, puede seguirse el método simplificado (sin extracción) en caso que las soluciones o extractos sean transparentes, incoloros o a lo sumo tengan color amarillo débil.

Con este método se determina exclusivamente el contenido de ácido ascórbico. Para el análisis de Vitamina C Total (ácido ascórbico + ácido dehidroascórbico), el último debe reducirse previamente hasta ácido ascórbico por tratamiento con H_2S.

2.5.3.5.4 Carotenos

Entre los lípidos no saponificables de plantas y animales, se encuentra un grupo de compuestos conocidos como los Carotenos o Carotenoides.

Estas sustancias están presentes en casi todas las plantas superiores, microorganismos y probablemente en todos los animales.

Entre los comunes en la naturaleza se hallan , ß, carotenos, los cuales tienen la fórmula general condensada $C_{40}H_{56}$. Los carotenos presentes en tejidos animales provienen principalmente de fuentes dietéticas. Derivado muy importante del ß-caroteno es la vitamina A_1, producto de oxidación de media molécula de ß-caroteno, o mejor, una molécula de ß-caroteno da lugar, por oxidación, a dos moléculas de vitamina A_1. Compuestos como el ß-caroteno, que son convertidos *in vivo* en vitamina A_1 se llaman Provitaminas A_1.

Los principales métodos para la determinación de carotenos son:

1.Determinación por métodos espectrofotométricos y

2.Determinación biológica de carotenos, a partir de la actividad mostrada por las provitaminas A_1.

Para los primeros se efectúa la extracción de carotenos de material vegetal, mediante la acción de un solvente adecuado tal como una mezcla de éter de petróleo - acetona (1:1). Con el fin de purificar los carotenos, el extracto se pasa por una columna cromatográfica que contiene básicamente fosfato tricálcico u otro absorbente adecuado que permita el paso de carotenoides, pero en cambio retenga otras sustancias como clorofilas. La concentración del caroteno en el extracto se determinará leyendo en el espectrofotómetro su absorbancia a 450 nm e interpolando tal valor en una curva patrón cuya construcción se detallará más adelante.

2.5.3.5.5 Pectinas

Las pectinas se hallan ampliamente distribuidas en la naturaleza, especialmente en tejidos o pulpas, donde actúan como agentes aglutinantes o de adhesión entre las células.

En la industria de alimentos ocupan destacada posición precisamente a causa de sus propiedades gelificantes. Comercialmente, la pectina se extrae a partir de la cáscara de limones y naranjas como subproducto de la industria de frutas cítricas, o del "bagazo" de manzana u otras frutas ricas en esta fracción.

En las paredes celulares, las pectinas se hallan combinadas con celulosa, de la cual pueden separarse por hidrólisis suave u otros medios, transformándose en pectinas solubles. La combinada con

celulosa es una pectina insoluble y forma parte de la fracción denominada ahora fibra dietaria.

Químicamente, las pectinas son polisacáridos constituídos por cadenas largas de unidades de -D-galacturónico, unidas entre si por enlaces ß-1-4, cadenas que forman el ácido poligalacturónico o ácido péctico, en las cuales un 50 a 60 % de los grupos carboxilo están esterificados con alcohol metílico. La estructura de la pectina se ilustra con las siguientes fórmulas:

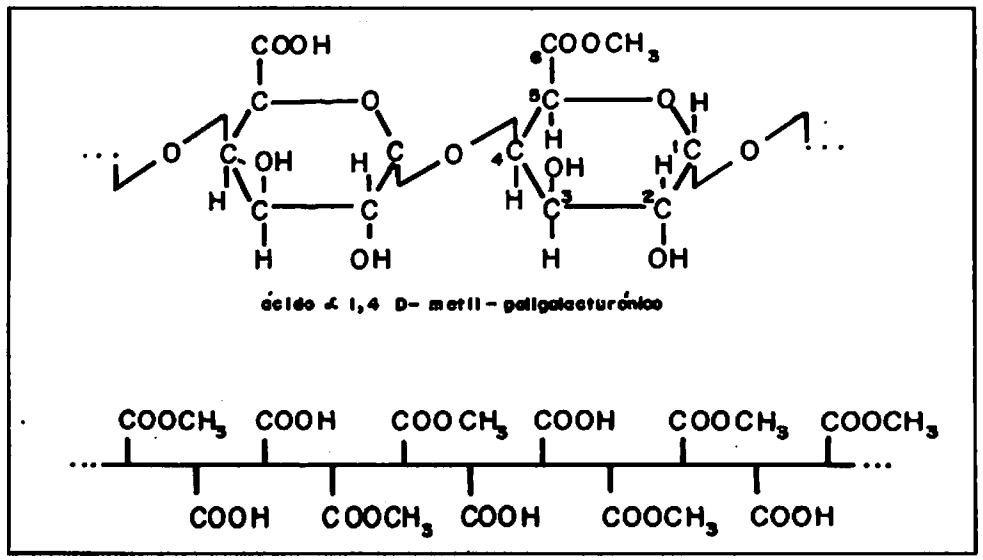


Figura 2.10 *Esquemas del Acido 1,4 D metil poligalacturónico y una Molécula Péctica.*

Tomada de: Cheftel y Cheftel

Las pectinas pueden hidrolizarse en presencia de una poliesterasa, enzima que hidroliza los enlaces éster.

Los enlaces glucosídicos entre cada unidad de ácido urónico, son hidrolizados sin embargo por otra enzima: la poligalacturonasa.

2.5.3.6 Determinacion de Hierro y Otros Minerales en las Cenizas

Es necesario disolver las cenizas en ácido, generalmente se utiliza HCl que solubiliza los carbonatos formados en la calcinación.

Método de la orto-fenantrolina para Hierro

Este método, de uso corriente en los laboratorios de química, se basa en la formación de un complejo de hierro con la orto-fenantrolina, de color rojo púrpura, cuya absorbancia se mide a 450 nm en un espectrofotómetro e interpolando tal valor sobre una curva de calibración.

También puede determinarse, al igual que otros metales, por el método de absorción atómica, el cual se amplia en el capítulo relativo al análisis de agua potable.

2.6 GUIA DE LABORATORIO DE ANALISIS DE FRUTAS, VEGETALES Y SUS PRODUCTOS

Métodos estandarizados en el Departamento de Química. Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Colombia, Bogotá.

2.6.1 Determinación del Agua

(Aplicable a Hortalizas y Frutas)

Para esta determinación se requieren cuidados especiales, debido a las pérdidas que sufre el material desde el lugar de la recolección hasta cuando llega al laboratorio. Para evitar los errores consiguientes, es indispensable pesar la muestra en el sitio donde se toma, anotando el peso obtenido y empacarla para su transporte en una bolsa de un material adecuado, por ejemplo de polietileno. Volverla a pesar al llegar al laboratorio y anotar la pérdida de peso que haya podido sufrir. Desecarla a baja temperatura (40 - 60 °C) en una estufa de aire durante unas seis horas. Pasarla a una bolsa de polietileno y dejarla enfriar.

Pesarla y anotar la pérdida de peso, moler la muestra en un molino de martillo, teniendo cuidado que no se produzca recalentamiento y pasarla por un tamiz y volverla a pasar por el mismo. Terminar la determinación de humedad sobre una cantidad de muestra pulverizada, exactamente pesada, vecina de 5 gramos, secándola en la estufa a 90 - 95 °C hasta peso constante. Sumar todas las pérdidas de peso obtenidas, relacionándolas a ciento, para obtener el dato de agua en el producto vegetal.

El residuo pulverizado y bien mezclado se reduce por cuarteo, si es el caso, a unos 100 gramos y se envasa en frascos bocales herméticos, para el análisis próximo y de contenido mineral. Recuerde que el frasco debe identificarse convenientemente.

2.6.2 Determinación de Hierro en las Cenizas

Para la determinación de hierro con orto-fenantrolina, se requieren los siguientes reactivos:

Acido clorhídrico concentrado

Solución de acetato de sodio. Disolver 350 gramos de $CH_3COONa\ 3H_2O$ en un litro de agua.

Reactivo de hidroxilamina. Disolver 10 gramos de $NH_2OHA\ HCl$ en 100 cm^3 de agua destilada.

Solución de orto-fenantrolina. Disolver 0,12 gramos de $C_{11}H_8N_2\ H_2O$ en 100 cm^3 de agua destilada, con agitación y calentamiento a 80 °C. Envasar en frasco oscuro.

Solución patrón de hierro. Pesar 0,2 gramos de alambre de hierro analítico o de limaduras de hierro. Disolver en 20 cm^3 de ácido sulfúrico 1:5 y diluir a 1 litro con agua (Patrón I).

Tomar 50 cm^3 de la solución Patrón I y pasarlos a un matraz aforado de 1 litro. Diluir a la marca con agua (Solución Patrón II).

1 cm^3 = 10 microgramos de hierro (Fe)

PROCEDIMIENTO

Tomar una alícuota de 0; 2; 5; 10 y 25 cm^3 del patrón II en matraces aforados de 50 cm^3. Añadir a cada uno 1 cm^3 de ácido clorhídrico y diluir a 20 cm^3 con agua. Agregar 1 cm^3 de reactivo de hidroxilamina, 5 cm^3 de solución de acetato de sodio y 5 cm^3 de solución de orto-fenantrolina. Completar el volumen con agua en cada matraz, agitar y dejar en reposo por 15 minutos. Leer la absorbancia a 450 nm. Construir la curva patrón en ppm de Fe vs. A. Tomar 25 cm^3 de la muestra filtrada, acidular con HCl y completar el procedimiento descrito para los patrones. Calcular el contenido de hierro en ppm.

2.6.3 Determinación de Caroteno en Plantas

Materiales y Reactivos:

Columna de vidrio de aproximadamente 25 cm de largo y 7 mm de diámetro.

Mortero con su respectiva mano.

Algodón.

Arena lavada

Embudo de decantación

Probeta graduada

Material vegetal

Solución (1:1) de éter de petróleo - acetona.

Eter de petróleo.

Sulfato de sodio anhidro

Fosfato tricálcico: $Ca_3(PO_4)_2$.

Procedimiento para la construcción de la Curva de Calibración

Solución patrón 1 en éter de petróleo = 0,5 mg de carotenos por cm^3 de solución.

Solución patrón 2. 2 cm^3 de patrón 1, completar con éter de petróleo hasta 50 cm^3 = 20 mg/cm^3.

Preparar los siguientes patrones de trabajo así:

PATRÓN C_1 = 0,5 CM^3 DE PATRON 2; CON ETER DE PETROLEO DILUIRLO HASTA 10 CM^3.

PATRÓN C_2 = 1 CM^3 DE PATRON 2 CON ETER DE PETROLEO; DILUIRLO HASTA 10 CM^3

PATRÓN C_3 = 1,5 CM^3 DE PATRON 2 CON ETER DE PETROLEO; DILUIRLO HASTA 10 CM^3.

PATRÓN C_4 = 2 CM^3 DE PATRON 2 CON ETER DE PETROLEO; DILUIRLO HASTA 10 CM^3.

PATRÓN C_5 = 2,5 CM^3 DE PATRON 2 CON ETER DE PETROLEO; DILUIRLO HASTA 10 CM^3.

PATRÓN C_6 = 3 CM^3 DE PATRON 2 CON ETER DE PETROLEO; DILUIRLO HASTA 10 CM^3.

Usando como blanco (B) éter de petróleo, ajustar el cero de Absorbancia A (100% de T),a la longitud de onda de 450 nm.

A la misma longitud de onda, leer la absorbancia correspondiente a los patrones de trabajo desde C_1 hasta C_6.

Construir la curva de calibración.

Procedimiento de extracción:

Pesar una muestra de material de material vegetal, según se indica en la Tabla 2.3 (Columna 1) colocar en un mortero, agregar unos 20 cm^3 de la mezcla éter de petróleo - acetona (1:1).

Adicionar un poco de arena lavada y moler el material con la mano del mortero.

Dejar decantar, pasar el sobrenadante a un embudo de decantación que contenga unos 60 cm^3 de agua destilada; repetir la molienda y extracción del material que quedó en el mortero con 2 a 3 porciones de la mezcla éter de petróleo-acetona, pasando los sobrenadantes al embudo de decantación, hasta que el extracto presente coloración muy clara.

Agitar bien el embudo y dejar separar las dos capas.

Descartar la capa acuosa inferior, repetir el lavado por dos veces más con porciones de agua destilada. Este lavado tiene por objeto remover la acetona y demás sustancias solubles en agua que se encuentren en el extracto. Aproximadamente 50 cm^3 del extracto requieren porciones de lavado sucesivas que totalicen unos 200 cm^3 de agua destilada.

Filtrar el extracto que queda en el embudo de decantación a través del papel de filtro cualitativo en cuyo fondo se ha puesto un poco de Na_2SO_4 anhidro, con el propósito de remover trazas que de otra manera tendrían el efecto de desactivar el fosfato tricálcico.

Completar el filtrado (capa etérea libre de acetona y agua) al volumen indicado en la Tabla 2.3 (Columna 2) y continuar como se indica en la separación por cromatografía de columna.

TABLA 2.3. INDICADORES PARA LA DETERMINACION DE CAROTENO EN ALGUNAS PLANTAS

Vegetal	Peso(1) Muestra	(2) Con éter de diluir extracto hasta	Pasar por Columna alícuota	Con éter de petróleo diluir hasta
Zanahoria	1g	50 cms^3	5 cm^3	10 cm^3
Pasto	2	10	5	10
Coliflor	10	15	5	10
Lechuga	5	10	5	10

Separación por Cromatografía de Columna:

Agregar fosfato cálcico en polvo hasta que forme una capa de mas o menos 3,5 cm de altura. Transferir a la columna una alícuota de unos 2 cm^3 del extracto etéreo diluida según se especifica en la columna (2) de la Tabla anterior, continuar añadiendo porciones de 2 cm^3 hasta agotar el extracto sin aplicar succión. Recibir el fluido en un tubo de ensayo graduado y seguir añadiendo éter de petróleo hasta cuando no se detecte coloración amarilla en la porción inferior de la columna. Lo primero que sale son los carotenos pues otros compuestos como las clorofilas, quedan retenidos en la capa de fosfato cálcico.

Determinar en el espectrofotómetro la absorbancia de la muestra, ajustando primero el 100 % de T con el blanco de éter de petróleo. Calcular la concentración de la solución, interpolando en la curva de calibración.

2.6.4 Determinación de la Pectina a partir de la Corteza de Naranja

Materiales y Reactivos:

Vasos de precipitado de 250 cm^3

Embudo de vidrio

Probeta graduada

Vidrio de reloj

Papel indicador

Gasa

Acido clorhídrico 6 N
Alcohol etílico de 95 %
Alcohol amoniacal
Naranjas

Procedimiento:

Pelar una naranja, eliminar la parte exterior amarilla de la cáscara y escoger el alvéolo o parte blanca de la misma. De este material bien delgado y cortado en trocitos pequeños, pesar 10 gramos y colocarlos en un vaso de precipitados de 250 cm^3.

Agregar 50 cm^3 de agua destilada caliente y hervir durante dos minutos, con el objeto de remover las sales presentes en el alvéolo que son solubles en agua, en tanto que la pectina permanece insoluble. Por decantación desechar el agua. repetir el lavado y la ebullición con otros 50 cm^3 de agua destilada caliente, desechando de nuevo el agua.

Agregar por último a la pulpa, 50 cm^3 de agua destilada caliente, e ir adicionando gota a gota HCl 6 N, agitando y controlando el pH con papel indicador, hasta alcanzar un pH de 2, acidez indispensable para la extracción de la pectina.

Marcar exteriormente el nivel del líquido en el vaso de precipitados, tapar el mismo con el vidrio de reloj y hervir durante 15 minutos. Si se observa que se ha evaporado demasiada agua, agregar agua destilada caliente hasta la marca y hervir unos tres minutos más.

Filtrar sobre gasa y lavar el residuo varias veces con pequeñas cantidades de agua caliente acidulada con ácido clorhídrico, ajustando el pH a 2. Agregar al filtrado una cantidad de alcohol de 95°, igual al volumen de agua obtenido en la filtración anterior, más la mitad del mismo volumen y agitar el líquido con una varilla de vidrio, para precipitar la pectina.

Pesar un trozo de gasa doble sobre un vidrio de reloj, filtrar la pectina obtenida en el paso anterior sobre esta, lavar con dos porciones de 5 cm^3 de alcohol amoniacal, para neutralizar el ácido que ha quedado embebido en la pectina.

La gasa que contiene la pectina se traslada al vidrio de reloj y el conjunto se seca en estufa a 60 °C. Dejar enfriar y pesar de nuevo. La diferencia proporciona la cantidad de pectina obtenida. Relacionar a ciento.

2.6.5 Análisis de Mermeladas y Jaleas

Métodos recomendados por el Departamento de Agricultura de Canadá y recopilados por J.A. Ruck (1963) o adaptados para este manual.

2.6.5.1 Preparación de la Muestra

Remover el empaque un tercio del centro del material que se va a analizar y trasladarlo a una licuadora u otro mezclador apropiado y mezclar durante 1 o 2 minutos. Tomar las porciones de análisis en tal forma que se tome una muestra representativa de toda la sustancia, evitando tomar demasiadas semillas o partículas que se hayan separado por flotación.

2.6.5.2 Determinación de Sólidos Insolubles en Agua. (Adaptación AOAC 22.020/84, 922.10/90)

Pesar exactamente 25 gramos de muestra. Trasladar cuantitativamente a un vaso de precipitados de 400 cm^3, utilizando para ello 200 cm^3 de agua. Mezclar y hervir cuidadosamente por 15 a 20 minutos. Filtrar a través de un papel de filtro (Wathman No. 4 u otro similar) previamente secado por 2 horas a 100 °C, junto con un pesasustancias (P), enfriado en desecador y pesado. Lavar con pequeñas porciones de agua caliente hasta que una gota de filtrado no haga virar el papel de tornasol azul, recibiendo los filtrados en un matraz volumétrico de 250 cm^3.

Dejar enfriar el líquido y completar el volumen. Reservar el líquido para la determinación de la acidez total.

Continuar lavando el residuo sobre el papel hasta gastar aproximadamente 800 cm^3 de agua caliente, despreciando las aguas de lavado y tratando de agitar los sólidos insolubles, sobre el papel de filtro, con el mismo chorro de agua.

Pasar el papel de filtro junto con el residuo al pesasustancias, secar a 100 °C por unas horas, dejar enfriar en un desecador y pesar (P_1).

$$\% \text{ de sólidos solubles en agua} = \frac{(P_1 - P) \times 100}{\text{Peso muestra}}$$

2.6.5.2 Determinación de Sólidos Solubles en Agua por Refractometría. (Adaptación AOAC 22.024/84, 932.12/90)

Tomar una muestra representativa de la porción bien mezclada de la mermelada o la jalea, libre de semillas y de fibra, colocar sobre los prismas del refractómetro equipado con escala de porcentaje de azúcares, leer directamente. Si se lee en términos de índice de refracción usar las tablas A.O.A.C. 52.012/84 para calcular el porcentaje de sacarosa como expresión de sólidos solubles. Para resultados muy exactos se debe corregir esta lectura para los sólidos insolubles en agua así:

% Sól. solub. = % sól. por el refractómetro x (100-a)/100

Donde a = % sólidos insolubles en agua

2.6.5.3 Determinación de Sólidos Totales (Brix verdadero). (AOAC 22.018/84, 920.151/90). Adaptado.

Pesar exactamente 20 gramos de muestra en una cápsula de porcelana previamente tarada. Evaporar a sequedad sobre baño de agua y luego secar en una estufa de vacío a 70°C. Dejar enfriar en desecador y pesar. Repetir el secado en estufa hasta que dos pesadas consecutivas no difieran en más de 3 mg.

Cálculo:

% sólidos totales = (peso seco/peso muestra) x 100

2.6.5.4 Determinación de pH. A.O.A.C. 10.041/84. Adaptado.

Colocar 50 a 75 g de muestra bien homogenizada en un vaso de precipitados de 100 cm^3 y leer directamente con un pH-metro. Para estandarizar el potenciómetro se utiliza una solución reguladora de pH 4. La lectura se efectúa generalmente a 20 °C.

2.6.5.5 Acidez Total. A.O.A.C. 31.231/84, 942.15/90. Adaptado

Preparación de una solución de NaOH 0.1 N

Pesar rápidamente en una balanza ordinaria unos 4 gramos de hidroxido de sodio en lentejas; disuélvalo en agua destilada en un vaso de precipitado, dejar enfriar y pasar la solución a un matraz aforado de un litro. Completar el volumen a la marca.

Titulación

Secar un poco de biftalato de potasio $KHC_8H_4O_4$ (pm = 204.2), en una estufa a 100-105 grados centígrados por una hora.

Dejar enfriar en un desecador por 20 minutos. Pesar exactamente una cantidad de 0.5 a 0.6 gramos del biftalato seco y pasar con ayuda de agua destilada a un erlenmeyer de 250 cm^3.

Agregar hasta unos 100 cm^3 de agua destilada y agitar por rotación hasta disolución total. Agregar 2 gotas de solución alcohólica de Fenolftaleina al 1%. Desde una bureta dejar caer la solución de NaOH sobre la solución del biftalato, hasta que aparezca una coloración rosada que persista.

Hervir el líquido que está titulando unos 30 segundos. Si la coloración desaparece, agregar gota a gota más solución de NaOH hasta que al ebullir nuevamente el color persista por 30 segundos.

La normalidad de la solución se calcula mediante la siguiente fórmula;

$$N = \frac{g \times 1000}{ml \times 204.2}$$

N = Normalidad
g = Masa en gramos del biftalato
ml = Volumen de la solución de NaOH gastado en la titulación.

Tomar una alícuota de 50 cm^3 del filtrado reservado en la determinación de sólidos solubles, en un vaso de precipitados de 100 cm^3. Titular son solución de hidróxido de sodio 0.1 N hasta pH 8.1, utilizando un pH-metro. Con el volumen de soda gastado, calcular el contenido de ácido. La acidez puede expresarse en el ácido que predomina ya sea cítrico, málico, tartárico o acético. Los pesos equivalentes de estos ácidos son:

Cítrico monohidratado =	70
Málico =	67
Tartárico =	75
Acético =	60

% Acidez Total=cm^3 NaOH x N x(peq./1000) x(100/peso. muestra)x V/alic

Siendo
N = Normalidad de la soda
peq = Peso equivalente del ácido correspondiente
V = 100 cm^3
alic = Alícuota tomada para la determinación

2.6.5.6 Colorantes Artificiales. Determinación cuantitativa. Método propuesto por J. A. Ruck

Diluir 20 a 40 g de muestra con 1 a 3 volúmenes de agua; añadir 3 o 4 gotas de HCl concentrado y una pequeña porción de paño de lana virgen desengrasada. Calentar a ebullición y luego enfriar. Lavar el trozo de paño coloreado en un chorro de agua. Exprimir el exceso de agua y cortar en cuatro trozos pequeños. Colocar uno de estos trozos en la depresión de una placa de porcelana o sobre una baldosa blanca. Humedecer el primero con HCl concentrado, el segundo con H_2SO_4 concentrado, el tercero con NaOH al 10 % y el cuarto con NH_4OH concentrado.

La Tabla 2.4 muestra los cambios de color producidos sobre la lana coloreada con soluciones de algunos colorantes presentes en concentraciones entre 0,1 a 0,5 %

TABLA 2.4 CAMBIOS DE COLOR DE ALGUNOS COLORANTES

Colorantes	HCl	H_2SO_4	NaOH (Sol. 10%)	NH_4OH
Amaranto	Ligeramente oscuro	Violeta amarrón	Marrón opaco a rojo naranja	Poco cambio
Erythrosina	Amarillo-naranja	Amarillo-naranja	No cambia	No cambia
Ponceau 3 R	Poco cambio	Poco cambio	Naranja opaco	Poco cambio
Ponceau SX	Rojo intenso	Rojo intenso	Amarillo-naranja	Amarillo-naranja
Tartrazina	Ligeramente oscura	Ligeramente oscuro	Poco cambio	Poco cambio
Amarillo naftol S	Casi decolorado	Muy pálido Marrón opaco	No cambia	No cambia
Amarillo-verdoso SF.	Amarillo-naranja pálido	Marrón amarillento	Decolorado	Decolorado
Azul brillante.FCP	Amarillo	Amarillo	No cambia	No cambia

2.6.5.7 Pectina. Método propuesto por Ruck.

Reactivos:

Acido acético 1 N. Diluir 30 cm^3 de ácido acético glacial a 500 cm^3 con agua.

Cloruro de calcio 1,0 N aprox. Disolver 27,5 g de $CaCl_2$ anhidro en agua y diluir a 500 cm^3.

Nitrato de plata. Solución al 1% P/V en agua.

Hidróxido de Sodio. Solución al 10% P/v en agua.

Pesar exactamente 50 g de la muestra homogenizada. Pasar con ayuda de aproximadamente 400 cm^3 de agua, a un vaso de precipitados de 800 cm^3. Hervir por una hora reemplazando el agua perdida por evaporación. Traspasar cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 cm^3. Dejar enfriar y completar a volumen. Agitar bien y filtrar a través de un papel de filtro seco (Wathman No. 4 u otro similar), recibiendo el filtrado en un erlenmeyer de 500 cm^3.

Tomar una alícuota de 100 cm^3, en un vaso de precipitados de 800 cm^3. Diluir con 300 cm^3 de agua. Añadir 10 cm^3 de solución de hidróxido de sodio, agitando constantemente con una varilla de vidrio. Dejar en reposo durante la noche.

Añadir 50 cm^3 de ácido acético, con agitación y dejar en reposo 5 minutos, añadir 25 cm^3 de solución de cloruro calcio, con agitación. Calentar a ebullición y dejar hervir por un minuto.

Secar un papel de filtro por 2 horas a 100 °C utilizando un pesasustancias. Dejar enfriar en desecador y pesar (P). Filtrar la solución a través del papel previamente tarado. Lavar el precipitado con agua hirviendo hasta fin de cloruros.

Pasar el precipitado en el papel de filtro al pesasustancias original. Secar durante la noche a 100 °C. Enfriar en el desecador y pesar (P_1).

$$\% Ca_{(pectato)} = [(P_1 - P) \times 100] / \text{Peso muestra}$$

2.6.5.8 Azúcares Reductores y Azúcares Totales

Estas determinaciones pueden efectuarse por métodos físicos o por métodos químicos, como ya se vio, pero en todos los casos la preparación de la muestra juega un papel muy importante.

2.6.5.8.1 Métodos Químicos. A.O.A.C 22.082/84, 925.36/90

2.6.5.8.1.1 Preparación de la muestra

Reactivos:

Solución saturada de acetato neutro de plomo.

Oxalato de sodio anhidro.

Procedimiento:

20 g de muestra se pasan a un matraz de 250 cm^3, agregar suficiente agua para disolver la muestra. Añadir 2 a 5 cm^3 de solución saturada de acetato neutro de plomo y agitar por rotación para precipitar proteínas, gomas, etc y obtener una solución límpida. Completar a volumen con agua y agitar para homogenizar.

Dejar en reposo para que el precipitado flocule. Filtrar por decantación sobre papel seco y recibiendo el filtrado en recipiente seco o desechar las primeras porciones de filtrado. Eliminar el exceso de plomo en este, por adición de unos cristales de oxalato de sodio seco. Volver a filtrar como antes por papel seco y recibiendo en recipiente seco. Esta solución clarificada se usa para la titulación del Fehling o para la polarización.

Otro método de clarificar:

Reactivos:

Crema de alúmina: Preparar una solución saturada de sulfato doble de aluminio y potasio. Añadir suficiente solución de amoniaco concentrado, con agitación, hasta que vire a alcalino, controlando con papel tornasol. Dejar en reposo para que madure el precipitado. Lavar por decantación con agua hasta que las aguas de lavado muestren solo indicios de sulfatos por la prueba del $BaCl_2$.

Suspender la crema en un poco de agua y guardar en frasco tapado.

A la solución clarificada con acetato de plomo, añadir 2 cm^3 de crema de alúmina para ayudar a flocular el precipitado, antes de completar a volumen. Luego continuar con el procedimiento descrito empezando en "completar a volumen con agua y agitar para homogenizar...".

2.6.5.8.1.2 Determinación de Azúcares Reductores

Preparación de la solución Fehling-Soxhlet

Se usan dos soluciones, las cuales se mezclan en cantidades iguales momentos antes de su empleo.

Solución de Cobre: Disolver 34,639 g de sulfato de cobre pentahidratado en agua; diluir hasta 500 cm^3 en un matraz aforado y filtrar por asbesto o por crisol filtrante con ayuda de vacío.

Solución alcalina de Tartrato: Disolver 173 g de sal de la Rochela (tartrato doble de sodio y potasio) y 50 g de hidróxido de sodio en agua; completar a 500 cm^3 con agua, dejar en reposo unos días y filtrar como en el caso anterior.

2.6.5.8.1.2.1 Ensayo previo - Método de Herzfeld

Cuando se desconoce la concentración de azúcares, se procede a hacer un ensayo previo utilizando el Método de Herzfeld, el cual permite conocer la cantidad de solución que se debe tomar para el análisis posterior, así: En una serie de tubos de ensayo, agregar sucesivamente 1,2,3,4 y 5 cm^3 de la solución azucarada previamente clarificada y desprovista de plomo; se añaden a cada tubo 5 cm^3 de la solución de Fehling-Soxhlet; calentar los tubos en un baño de agua hirviendo unos dos minutos. Dejar sedimentar el precipitado de óxido cuproso y observar el color del líquido de cada tubo, anotando cual presenta el tinte más ligero, pero claramente azul. Se mide 20 veces el volumen de la solución que contenía el tubo en un matraz aforado de 100 cm^3 para el análisis gravimétrico y se completa a la marca con agua destilada.

2.6.5.2.1.2.2 Método Gravimétrico de Munson y Walker. (Adaptado AOAC 31.037/84, 906.03B/90

Reducción a óxido cuproso: En un vaso de precipitados o en un erlenmeyer pyrex (u otro material de vidrio resistente a los álcalis), medir 25 cm^3 de cada una de las soluciones de Fehling-Soxhlet; agregar 50 cm^3 de la solución azucarada (preparada en las condiciones ya indicadas), cubrir el vaso con un vidrio de reloj y calentar hasta el punto de ebullición, empleando unos cuatro minutos para alcanzar esta temperatura; continuar, con ebullición suave durante dos minutos exactos. Retirar la llama y agregar inmediatamente 100 cm^3 de agua destilada fría, recientemente hervida. Filtrar con ayuda de vacío por un crisol de Gooch o de vidrio previamente pesado, lavar el precipitado de Cu_2O con agua caliente, luego con alcohol y

finalmente con éter. Secar en la estufa a 120 °C por 15 minutos, dejar enfriar en un desecador y pesar. calcular con el peso en miligramos de Cu_2O, los miligramos de azúcar que se está analizando, por medio de tablas (por ejemplo Munson y Walker) que aparece en AOAC y teniendo en cuenta las diluciones que se han hecho, calcular el porcentaje.

2.6.5.8.1.2.3 Método de Low - Para comprobación. Método modificado.

Una vez pesado el óxido cuproso obtenido por el método gravimétrico, proceder a disolverlo agregando al crisol que lo contiene 5 cm^3 de ácido nítrico (1 volumen de ácido + 1 volumen de agua) cubriéndolo con un vidrio de reloj para evitar la salida de los vapores nitrosos y haciendo un poco de vacío para ayudar a la filtración. Terminar lavando el crisol con 50 cm^3 de agua destilada caliente.

Pasar el líquido a un erlenmeyer de 250 cm^3 y hervir para expulsar los vapores nitrosos, agregar 5 cm^3 de agua de bromo (preparada saturando agua con bromo puro) y volver a hervir para eliminar el bromo. La adición de este tiene por objeto asegurar la expulsión de los vapores nitrosos. Añadir 7 cm^3 de una solución amoniacal (densidad = 0,90). Hervir otra vez para eliminar el exceso de amoniaco, lo cual se conoce por el cambio de color del líquido y la precipitación parcial del cobre como hidróxido. Agregar unos 3 o 4 cm^3 de ácido acético al 80 % y volver a hervir si es necesario, para redisolver el precipitado de cobre. Enfriar, agregar 3 gramos de yoduro de potasio y titular el yodo puesto en libertad con solución 0,1 N de tiosulfato de sodio ($Na_2 S_2O_3 5H_2O$). Para la preparación de ésta consultar las instrucciones en el Capítulo correspondiente a Aceites y Grasas.

2.6.5.8.1.2.3 Determinación de Azúcares Totales

Hay que tener en cuenta que la mayoría de los casos es necesario trabajar con mezclas de sacarosa y azúcares reductores.

Para esto es necesario, entonces, trabajar con dos alícuotas; en una se determinan los azúcares reductores y en la otra azúcares totales, procediendo a efectuar la inversión previa de la sacarosa, la cual se lleva a cabo por medio de un ácido, dando dextrosa y fructuosa (azúcar invertido).

2.6.5.8.1.2.3.1 Preparación de la muestra: Inversión

En un matraz aforado de 100 cm^3 colocar 50 cm^3 de la solución azucarada previamente clarificada con plomo como se describió en el

análisis de sacarosa; agregar 20 cm^3 de agua, introducir un termómetro y calentar al baño maría a 65 °C; retirar el frasco del baño; añadir 10 cm^3 de ácido clorhídrico (d = 1,1029); mezclar y dejar en reposo 30 minutos. Enfriar a la temperatura ambiente; retirar el termómetro después de lavarlo con agua sobre la solución.

Neutralizar esta con solución de hidróxido de sodio y completar el volumen con agua.

2.6.5.8.1.2.3.2 Método Volumétrico de Eynon-Lane. A.O.A.C 31.034/84, 923.09/90. Adaptado

Con la solución azucarada clarificada y libre de plomo y con la solución proveniente de la inversión de la sacarosa ya neutralizada, hacer una determinación preliminar para conocer en cada una el porcentaje aproximado de azúcares reductores.

Procedimiento

Ensayo preliminar: En un erlenmeyer de 300 a 400 cm^3 medir 10 a 25 cm^3 de la solución mixta de Fehling-Soxhlet recién preparada, hervir por dos minutos y de una bureta ir agregando rápidamente la solución azucarada; antes de la decoloración del reactivo, agregar 2 a 3 gotas de solución de azul de metileno al 1 % y continuar la adición de la solución azucarada hasta decoloración del indicador.

Valoración: Agregar al erlenmeyer de 10 a 25 cm^3 de la solución de Fehling recién preparada y en seguida, en frío, casi la totalidad de la solución azucarada (de tal manera que falte más o menos 1 cm^3 para completar la titulación). Calentar el erlenmeyer sobre una malla y una vez que se comience la ebullición del líquido, mantenerla por dos minutos exactos. Agregar el indicador y dentro de un minuto más de ebullición, terminar la valoración.

Aconsejamos titular la solución de Fehling-Soxhlet previamente, contra patrón del azúcar reductor que se va a analizar, o contra glucosa, procediendo en la forma indicada anteriormente. En esta forma no es necesario usar las Tablas; es aconsejable preparar la solución patrón en tal forma que 1 cm3 de solución Fehling corresponda a 5-10 mg del azúcar reductor.

2.6.5.8.2 Métodos Polarimétricos

2.6.5.8.2.1 Método de doble polarización o sacarosa Clerget. (Modificación de Herzfeld)

Disolver 52 g de la sustancia en agua, en un matraz aforado de 200 cm^3, añadir acetato neutro de plomo para la clarificación y luego 1 - 2 cm^3 de crema de alúmina, diluir a la marca, agitar y filtrar. Separar el plomo agregando oxalato de sodio en polvo y evitando un exceso; filtrar por papel seco.

Tomar 50 cm^3 del filtrado, pasar a un matraz aforado de 100 cm^3, completar el volumen con agua, mezclar y polarizar en un tubo de 200 mm. El resultado multiplicado por 2 es la polarización directa (P).

A una segunda porción de 50 cm^3 colocada en un matraz aforado de 100 cm^3 y diluida con 25 cm^3 de agua, añadir, mezclando por rotación, 10 cm^3 de ácido clorhídrico (d = 1,1029). Calentar al baño maría a 70 °C, agitando constantemente con un termómetro hasta que la temperatura marque 67 °C, lo cual debe ocurrir en 2,5 a 3 minutos. Continuar calentando la solución durante 5 minutos exactos, contados desde el momento en que el termómetro marcó 67 °C, en cuyo tiempo el contenido del matraz deberá elevarse hasta unos 69 °C, sumergir el matraz en agua fría y enfriar a la temperatura ambiente.

Lavar la solución adherida al termómetro y completar el volumen hasta 100 cm^3 a la temperatura de la polarización directa. Si la solución es muy oscura, tratar con sucesivas porciones de cinc en polvo después de haber completado el volumen, hasta decoloración, evitando un exceso de cinc.

Efectuar la polarización inversa, empleando de preferencia un tubo de Landolt (con circulación de agua a la temperatura de la polarización directa).

Reducir la lectura polarimétrica a expresiones de una solución normal observada por un tubo de 200 mm (en este caso la lectura x 2 = lectura inversa I). Calcular la sacarosa por la fórmula:

$$S = \frac{100\,(P - I)}{143 + 0{,}0676(m - 13) - T/2}$$

S = Sacarosa por ciento
P = Lectura directa calculada sobre la base de una solución normal (26,0000 g % en volumen).
I = Lectura inversa en las mismas condiciones
T = Temperatura de las lecturas °C
m = Gramos de sólido en 100 cm^3 de solución invertida, tal como se usó para la lectura (sólidos por refractometría multiplicados por el peso específico de la solución)

2.6.5.9 Cenizas. A.O.A.C. 31.012/84,940.26/90 Adaptado

Pesar exactamente 5 gramos de muestra en una cápsula de porcelana previamente tarada y evaporar sobre baño de vapor hasta sequedad. Calentar sobre la malla de asbesto utilizando una llama pequeña hasta carbonizar la muestra. Colocar en una mufla y calcinar a 525 °C hasta obtener cenizas blancas. Enfriar en desecador y pesar. Si las cenizas permanecen grises, humedecerlas con unas gotas de agua destilada, secar en la estufa a 100 °C y volver a colocar en la mufla; el tiempo de calcinación varía con la naturaleza de la muestra.

$$\% \text{ cenizas} = \frac{\text{peso cenizas x } 100}{\text{peso muestra}}$$

2.6.6 Análisis de Jugos de Frutas

2.6.6.1 Determinación de Acido Ascórbico (Vitamina C)

2.6.6.1.1 Método volumétrico del Indofenol. A.O.A.C. 43.064/84. 967.21/90. Adaptado.

(Aplicable a jugos poco coloreados)

Reactivos

Acido oxálico al 0,4 % p/V

Colorante indofenol al 0,4%. Pesar 0,2 g de la sal de sodio, 2,6 diclorofenol indofenol. Disolver en 200 cm^3 de agua. Filtrar, si es necesario, a través de papel Wathman No. 4, u otro similar, recibiendo el filtrado en un matraz de 500 cm^3. Completar a volumen. Guardar en refrigerador.

Estandarización de Colorante. Los miligramos de ácido ascórbico correspondientes a 1 cm^3 de colorante se determinan así: Pesar exactamente 2 a 3 gramos de yoduro de potasio en 5 cm^3 de agua en un erlenmeyer de 50 cm^3. Añadir una alicuota de 15 cm^3 de solución de colorante y 10 cm^3 de HCl 1 N. mezclar y dejar en reposo por 2 minutos. Titular con solución de tiosulfato de sodio

0,01 N recientemente preparada, utilizando una microbureta y añadiendo 1 o 2 cm^3 de solución indicadora de almidón. Completar la titulación antes de 1 minuto. El colorante debe estandarizarse cada 48 horas y solo es estable por 2 semanas, guardado en el refrigerador.

Cálculos

El peso equivalente del ácido ascórbico en esta reacción es 88.

$$1\ cm^3\ \text{colorante} = \frac{cm^3\ \text{tiosulfato} \times N \times \text{Eq. ácido ascórbico}}{\text{Alícuota del colorante } (cm^3)} = \text{mg de ácido ascórbico}$$

Si por ejemplo para titular una alícuota de 15 cm^3 se gastaron 3,2 cm^3 de tiosulfato 0,01 entonces:

1 cm^3 colorante = 0,188 mg de ácido ascórbico

Procedimiento

Tomar una alícuota de 10 cm^3 para jugos ricos en vitamina C o de 25 cm^3 para jugos pobres en esta vitamina, en un matraz volumétrico de 100 cm^3. Completar a volumen con la solución de ácido oxálico. Agitar y filtrar si es necesario. Tomar un alícuota de 5 a 10 cm^3 para la titulación, dependiendo del contenido de ácido ascórbico, en un erlenmeyer de 50 cm^3. Diluir con 15 cm^3 de ácido ascórbico, en un erlenmeyer de 50 cm^3. Diluir con 15 cm^3 de la solución de ácido oxálico y titular con la solución de colorante hasta que el color rosado permanezca de 5 a 10 segundos. La titulación debe completarse antes de 1 minuto y debe utilizarse una microbureta, pues el volumen de colorante utilizado no debe ser mayor de 1,5 cm^3.

Calcular el contenido de ácido ascórbico en mg por 100 cm^3 de jugo.

2.6.6.1.2 Método Colorimétrico de la 2-Nitroanilina. Estandarizado en el Departamento de Química, U.N., Bogotá. Silva M.I. y López E. Tomado de Stroberker

Materiales y Reactivos
Tubos de ensayo
Vasos de precipitados de 100 y 10 cm^3
Embudo de vidrio pequeño
Pipetas de 10 y 1 cm^3

Gasa
Espectrofotómetro
Papel de filtro
Solución acuosa de ácido oxálico al 0,15 %
Solución acética - clorhídrica de 2-nitroanilina al 0,16%. Disolver 80 mg de 2 nitroanilina en 4 cm^3 de ácido acético glacial. Diluir la solución a 50 cm^3 con HCl al 10 %.
Solución acuosa de nitrito de sodio al 0,08 %
Etanol absoluto o del 96 %
Solución patrón de vitamina C en ácido oxálico del 0,15 % en concentración 0,2 mg de vitamina/cm^3
Solución acuosa de NaOH al 10 %

Procedimiento

Las muestras sólidas se extraen con solución de ácido oxálico al 0,15 % y las líquidas (por ejemplo zumos de frutas) se tratan con solución de ácido oxálico en cantidad suficiente para proporcionar una concentración entre 0,2 y 2,0 mg de ácido ascórbico en 5 cm^3 de extracto.

a. Preparación del extracto problema:

Filtrar sobre gasa el zumo obtenido de la fruta cítrica (limón, naranja, mandarina, toronja, etc.).

En un vaso de precipitados de 100 cm^3 previamente tarado, medir con pipeta 5 cm^3 del jugo libre de semillas y hollejos; pesarlo de nuevo. Por diferencia hallar el peso de los 5 cm^3 de jugo y anotarlo.

A 1 cm^3 de jugo agregar ahora 4 cm^3 de solución de ácido oxálico al 0,15 %; agitar y dejar en reposo unos 3 minutos.

Filtar con papel de filtro seco. Este constituye el extracto problema.

b. Preparación de la curva de calibración:

Se rotulan 10 tubos de ensayo y se pipetean en su orden los siguientes reactivos:

TABLA 2.5 DETERMINACION DE ACIDO ASCORBICO POR EL METODO DE LA 2-NITROANILINA

Tubo	B	1	2	3	4	5	6	7	8	9
2-nitroanilina cm^3	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Nitrito de sodio recién preparado	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Mezclar bien y esperar un minuto	Se debe producir decoloración. Si no, agregar 0.1 cm^3 más en todos los tubos o utilizar una solución fresca de nitrito de sodio al 0,1 %									
Etanol absoluto cm^3	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8
Solución patrón de ácido ascórbico cm^3		0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.7	1.0		
Extracto de ácido ascórbico cm^3									0.5	1.0
Acido oxálico	0.1	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.25		0.5	
Mezclar bien, dejar en reposo 5 minutos										
NaOH 10 % cm^3	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2		1.2	1.2
H_2O destilada cm^3	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8

Se mezcla bien el contenido de cada tubo.

Se lee a 540 nm ajustando el 100 % de trasmitancia con **B**.

Cálculos y expresión de resultados

Con los valores de absorbancia en ordenadas y concentración en mg de vitamina C/cm^3 en abscisas, construir la curva de calibración, interpolar el valor de la absorbancia y hallar la concentración del problema. Hacer los cálculos necesarios para expresar resultados en:

mg de ácido ascórbico/100 cm^3 de zumo y

mg de ácido ascórbico/ 100 g de zumo

2.6.6.2 Acidez Total

Tomar una alícuota apropiada del zumo libre de sólidos. Diluir con agua y titular con solución de NaOH 0,1 N usando un pH-metro

o indicador de fenolftaleína para detectar el punto final. Expresar los resultados en el ácido predominante.

2.6.6.3 Azúcares Totales y Reductores. A.O.A.C. 31.034/84. 923.09/90 Adaptado. (Método de Lane - Eynon)

Preparación de la muestra

Tomar una alícuota de 25 cm^3 de jugo filtrado. Pasar a un matraz de 250 cm^3, diluir con 100 cm^3 de agua y neutralizar con solución de NaOH 1 N, calculando el volumen necesario a partir del dato de acidez total. Añadir 2 cm^3 de solución de acetato de plomo.

Agitar y dejar en reposo por 10 minutos. Añadir la cantidad necesaria de oxalato de potasio hasta que no se forme más precipitado. Llevar a volumen con agua y filtrar a través de papel Wathman No. 5 plegado, u otro similar, comprobando en el filtrado la ausencia de plomo.

Con esta solución titular el Fehling para obtener el dato de azúcares reductores.

Para azúcares totales tomar una alícuota de 50 cm^3 de la solución clarificada anteriormente, pasar a un erlenmeyer de 250 cm^3 . Añadir 5 gramos de ácido cítrico y 50 cm^3 de agua; hervir por 10 minutos y enfriar (algunos autores recomiendan efectuar esta inversión con HCl). Trasvasar cuantitativamente a un matraz volumétrico de 250 cm^3. Neutralizar con solución de NaOH.

Completar a volumen y utilizar esta solución para obtener el dato de azúcares totales según el método ya descrito. Calcular el contenido de azúcar en el volumen del titulante por cálculo contra una solución patrón o utilizando las tablas A.O.A.C. 52.017 o 52.018/84 consignadas al final del capítulo.

2.6.6.4 Gravedad Específica

Determinarla sobre el jugo libre de sólidos en suspensión, utilizando picnómetro o si se tiene, usar un hidrómetro.

2.6.6.5 Sólidos Solubles

Determinarlos por medio de un refractrómetro con escala de grados Brix. Se puede expresar también como porcentaje de sacarosa en peso, calculándolos según la Tabla AOAC 52.012/84.

TABLA 2.6. AZUCARES REDUCTORES TOTALES REQUERIDOS PARA LA COMPLETA REDUCCION DE 10 CM³ DE SOLUCIONES FHELING USADOS CON EL METODO VOLUMETRICO LANE-EYNON

Titulo	Azúcar Invertido No Sacaros	g Sacarosa/100 cm3 Azúcar Invertido				Glucosa	Fructosa	Maltosa		Lactosa	
		1	5	10	25			Anhidra	$C_{12}H_{22}O_{11}$ H_2O	Anhidra	$C_{12}H_{22}O_{11}$ H_2O
15	50.5	49.9	47.6	46.1	43.4	49.1	52.2	77.2	81.3	64.9	68.3
16	.6	50.0	.6	.1	.4	.2	.3	.1	.2	.8	.2
17	.7	.1	.6	.1	.4	.3	.3	.0	.1	.8	.2
18	.8	.1	.6	.1	.3	.3	.4	.0	.0	.7	.1
19	.8	.2	.6	.1	.3	.4	.5	76.9	80.9	.7	.1
20	.9	.2	.6	.1	.2	.5	.5	.8	.8	.6	.0
21	51.0	.2	.6	.1	.2	.5	.6	.7	.7	.6	.0
22	.0	.3	.6	.1	.1	.6	.7	.6	.6	.6	.0
23	.1	.3	.6	.1	.0	.7	.7	.5	.5	.5	67.9
24	.2	.3	.6	.1	42.9	.8	.8	.4	.4	.5	.9
25	.2	.4	.6	.0	.8	.8	.8	.4	.4	.5	.9
26	.3	.4	.6	.0	.8	.9	.9	.3	.3	.5	.9
27	.4	.4	.6	.0	.7	.9	.9	.2	.2	.4	.8
28	.4	.5	47.7	.0	.7	50.0	53.0	.1	.1	.4	.8
29	.5	.5	.7	.0	.6	.0	.1	.0	.0	.4	.8
30	.5	.5	.7	.0	.5	.1	.2	.0	.0	.4	.8
31	.6	.6	.7	45.9	.5	.2	.2	75.9	79.9	.4	.8
32	.6	.6	.7	.9	.4	.2	.3	.9	.9	.4	.8
33	.7	.6	.7	.9	.3	.3	.3	.8	.8	.4	.8
34	.7	.6	.7	.8	.2	.3	.4	.8	.8	.4	.9
35	.8	.7	.7	.8	.2	.4	.4	.7	.7	.5	9
36	.8	.7	.7	.8	.1	.4	.5	.6	.6	.5	.9
37	.9	.7	.7	.7	.0	.5	.5	.6	.6	.5	.9
38	.9	.7	.7	.7	.0	.5	.6	.5	.5	.5	.9
39	52.0	.8	.7	.7	41.9	.6	.6	.5	.5	.5	.9
40	.0	.8	7.	.6	.8	.6	.6	.4	.4	.5	.9
41	.1	.8	7.	.6	.8	.7	.7	.4	.4	.6	68.0
42	.1	.8	.7	.6	.7	.7	.7	.3	.3	.6	.0
43	.2	.8	.7	.5	.6	.8	.8	.3	.3	.6	.0
44	.2	.9	.7	.5	.5	.8	.8	.2	.2	.6	.0
45	.3	.9	.7	.4	.4	.9	.9	.2	.2	.7	.1
46	.3	.9	.7	.4	.4	.9	.9	.1	.1	.7	.1
47	.4	.9	.7	.3	.3	51.0	.9	.1	.1	.8	.2
48	.4	.9	.7	.3	.2	.0	54.0	.1	.1	.8	.2
49	.5	0	.7	.2	.1	.0	.0	.0	.0	.8	.2
50	.5	0	.7	.2	.0	.1	.0	.0	.0	.9	.3

Fuente: Tabla No.52.017 AOAC (1984)

TABLA 2.7 AZUCARES REDUCTORES TOTALES REQUERIDOS PARA LA COMPLETA REDUCCION DE 25 CM³ DE SOLUCIONES FHELING USADOS CON EL METODO VOLUMETRICO LANE - EYNON

Titulo	Azúcar Invertido N o Sacarosa	1g. Sacarosa 100 cm Invertido Azucar	Glucosa	Fructosa	Maltosa		Lactosa	
					Anhidra	$C_{12}H_{22}O_{11}$ H_2O	Anhidra	$C_{12}H_{22}O_{11}$ H_2O
	Requeridos para reducir 25 cm3 de solución Fheling							
15	123.6	122.6	120.2	127.4	197.8	208.2	163.9	172.5
16	.6	.7	.2	.4	.4	207.8	.5	.1
17	.6	.7	.2	.5	.0	.4	.1	171.7
18	.7	.7	.2	.5	196.7	.1	162.8	.4
19	.7	.8	.3	.6	.5	206.8	.5	.1
20	.8	.8	.3	6	.2	.5	.3	170.9
21	.8	.8	.3	.7	195.8	.1	.0	.6
22	.9	.9	.4	.7	.5	205.8	161.8	.4
23	9	.9	.4	.8	.1	.4	.6	.2
24	124.0	.9	.5	.8	194.8	.1	.5	.0
25	.0	123.0	.5	.9	.5	204.8	.4	169.9
26	.1	.0	6	.9	.2	.4	.2	.7
27	.1	.0	.6	128.0	193.9	.1	.0	.5
28	.2	.1	.7	.0	.6	203.8	160.8	.3
29	.2	.1	.7	.1	.3	.5	.7	.2
30	.3	.1	.8	.1	.0	.2	.6	.0
31	.3	.2	.8	.1	192.8	202.9	.5	168.9
32	.4	.2	.8	.2	.5	.6	.4	.8
33	.4	.2	.9	.2	.2	.3	.2	.6
34	.5	.3	.9	.3	191.9	.0	.1	.5
35	.5	.3	121.0	.3	.7	201.8	.0	.4
36	.6	.3	.0	.4	.4	.5	159.8	.2
37	.6	.4	.1	.4	.2	.2	.7	.1
38	.7	.4	.2	.5	.0	.0	.6	.0
39	.7	.4	.2	.5	190.8	200.8	.5	167.9
40	.8	.4	.2	.6	.5	.5	.4	.8
41	.8	.5	.3	.6	.3	.3	.3	.7
42	.9	.5	.4	.6	.1	.1	.2	.6
43	.9	.5	.4	.7	189.8	199.8	.2	.6
44	125.0	.6	.5	.7	.6	.6	.1	.5
45	.0	.6	.5	.8	.4	.4	.0	.4
46	.1	.6	.6	.8	.2	.2	.0	.4
47	.1	.7	.6	.9	.0	.0	158.9	.3
48	.2	.7	.7	.9	188.9	198.9	.8	.2
49	.2	.7	.7	129.0	.8	.7	.8	.2
50	.3	.8	.8	.0	.7	.6	.7	.1

Fuente: Tabla No.52.017 AOAC (1984)

TABLA 2.8.TABLA PARA CALCULAR GLUCOSA, FRUCTOSA, LACTOSA, AZUCAR INVERTIDO Y MALTOSA A PARTIR DE METODO GRAVIMETRICO DE MUNSON Y WALKER (TOMADA DEL A.O.A.C.. 52018/84)

Valores expresados como mg del azúcar

Cu	Cu_2O	Glucosa	Fructosa	Azúcar Invertido	Lactosa	H_2O	Maltosa H_2O
10	11,3	4,6	5,1	5,4	7,7		6,2
20	22,5	9,4	10,4	10,2	15,4		14,6
30	33,8	14,3	15,8	15,3	23,0		22,9
40	45,0	19,2	21,1	20,4	30,6		31,3
50	56,3	24,1	26,5	25,5	38,3		39,6
60	67,6	29,0	31,9	30,6	46,0		48,0
70	78,8	34,0	37,4	35,8	53,6		56,3
80	90,1	39,0	42,8	41,0	61,3		64,6
90	101,3	44,0	48,3	46,2	69,0		73,0
100	112,6	49,0	53,8	51,5	76,7		81,3
110	123,8	54,1	59,3	56,7	84,4		89,7
120	135,1	59,2	64,9	62,0	92,1		98,0
130	146,4	64,3	70,4	67,4	99,8		106,4
140	157,6	69,5	76,0	72,7	107,5		114,7
150	168,9	74,7	81,6	78,1	115,2		123,0
160	180,1	79,9	87,3	83,5	122,9		131,4
170	191,4	85,2	92,9	88,9	130,7		139,7
180	202,7	90,4	98,6	94,4	138,4		148,0
190	213,9	95,7	104,3	99,9	145,2		156,4
200	225,2	101,1	110,0	105,4	153,9		164,7
210	236,4	106,5	115,7	110,9	161,7		173,0
220	247,7	111,9	121,5	116,5	169,5		181,4
230	258,9	117,3	127,3	122,1	177,3		189,7
240	270,2	122,7	133,1	127,8	185,1		198,0
250	281,5	128,2	138,9	133,4	192,9		206,3
260	292,7	133,6	144,8	139,1	200,7		214,7
270	304,0	139,3	150,6	144,8	208,5		223,0
280	315,2	144,9	156,5	150,6	216,3		231,3
290	326,5	150,5	162,5	156,4	224,1		239,6
300	337,8	156,2	168,4	162,2	232,0		247,9
310	349,0	161,9	174,4	168,0	239,8		256,3
320	360,3	167,6	180,4	173,9	247,7		264,6
330	371,5	173,4	186,4	179,8	255,5		272,9
340	382,8	179,2	192,5	185,8	263,4		281,2
350	394,0	185,0	198,5	191,8	271,3		289,5
360	405,3	190,9	204,7	197,8	279,2		297,8
370	416,6	196,8	210,8	203,8	287,1		306,1
380	427,8	202,7	217,0	209,9	295,0		314,5
390	439,1	208,7	223,2	216,0	303,0		322,8
400	450,3	214,7	229,4	222,2	311,0		331,1
410	461,6	220,8	235,8	228,5	319,1		339,4
420	472,9	227,0	242,2	234,8	327,4		347,7
430	428,1	233,3	249,2	241,5	336,3		350,0

TABLA 2.9 METODO DE CALCULO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO APROXIMADO DE AZUCARES PARA VALORES NO TABULADOS EN EL METODO DE MUNSON Y WALKER

mg. de Cuxf = mg de azúcar

mg Cu	Glucosa f	mg Cu	Maltosa H_2O f
10 - 39	0.47	10 - 19	0,62
40 - 89	0.48	20 - 29	0,73
90 - 159	0.49	30 - 39	0,76
160 - 229	0.50	40 - 49	0,78
230 - 299	0.51	50 - 79	0,79
300 - 359	0.52	80 - 89	0,80
360 - 419	0.53	90 - 149	0,81
420 - 430	0.54	150 - 430	0,82
mg Cu	**Fructuosa f**	**mg Cu**	**Lactosa f**
10 - 49	0.52	10 - 40	0,75
50 - 119	0,53	41 - 209	0,76
120 - 199	0.54	210 - 429	0,77
200 - 289	0,55	430 -	0,78
290 - 379	0,56		
380 - 430	0,57		
mg Cu	**Azúcar invertido f**		
10 - 149	0,51		
150 - 229	0,52		
230 - 299	0,53		
300 - 369	0,54		
370 - 429	0,55		
430 -	0,56		

f = factores obtenidos a partir de la Tabla A.O.A.C. 52018/84

2.7 BIBLIOGRAFIA

A.O.A.C.Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis of A.O.A.C. Inc. Arlintong U.S.A. 14th Ed. 1984, 15th Ed. 1990.

CHEFTEL J. C., CHEFTEL, H. Introducción a la Bioquímica y Tecnología de los Alimentos. Editorial Acribia. No figura año de publicación

Instituto Colombiano de Bienestar Familiar. Tabla de Composición de Alimentos Colombianos. Ed. Instituto Colombiano de Bienestar Familiar, Ministerio de Salud Pública, Bogotá D.E., Colombia,5° Ed., 1988

HERMAN SCHMIDT. HEBBEL. Ciencia y Tecnología de Alimentos. Editorial Universitaria. Santiago, Chile, 1973. pp. 270

FERREIRA, SALOMON. Aditivos para alimentos. Revista Ciencia y tecnología de Alimentos. 1, pp 25-40. 1980.

ROBACH, M. C. Use of preservatives to control microorganisms in food. Food technology. 34, 10, pp. 81-84. October, 1980.

IFT. Expert Panel on Food Safety and Nutrition. Food Colors. A Scientific Status Summary by IFT'& Expert Panel of Food Safety on Nutrition. Food Thechnology. 34, 7. pp. 77-84, July 1980.

INGLETT G.E. SWEETERNERS - A review. Food technology. 35, 3 pp. 37-41, March 1981.

INSTITUTE OF FOOD TECHNOLOGISTS (IFT'S) Expert Panel of Food safety and Nutrition. Sugars and nutritive sweeterners in Processed Foods. A Scientific Summary. Food thechnology. 33, 5. pp. 101-105. May 1979.

DZIEZKJUDIE D. Sweeteners and product development Special Report. Food Tech. 40, 1, pp. 112-128. 1986

OSER BERNARD L. et al. Recent progress in the Consideration of flavoring ingredients under the Food additives amendments 14 Gras sustances. Food Technology 39, 11, pp. 108-117. 1985.

----------, Recent progress in the Consideration of flavoring ingredients under the food aditives amendmets. 13 GRAS Substances. Food technology 38, 10, pp. 65-69. 1984.

MEGGOS, HARRY N. Colors - Key food ingredients. food Tech. 38, 1 p. 74. 1984.

MARMOND, DANIEL M. Handbook of O. S., Colorants for foods drugs and cosmetics. 2nd Ed. John Wiley and Sons Inc. New York. 1984.

MERCK INDEX Tenth Ed. Pub by Merck and Co. Inc. Rahway N. J., U.S.A., 1983.

PEREZ ARBELAEZ, E. Plantas útiles de Colombia. Editorial Camacho Roldan, Bogotá, 1956.

RUCK J. A. Chemical Methods for Analysis of fruit and vegetable products. Canada Department of Agriculture. Contribution No. B7, Research station. Summerland B. C. Pub 1154, 1963.

STROBECKER R. Vitamin assay, tested methods. Translated by D.D. Libman Wenhim, Verlage chemic. 1966.

OSBORNE, D. R., VOOGT P. Análisis de los nutrientes de los alimentos. Editorial Acribia S.A. Zaragoza, España, 1986.

ICONTEC. Catálogo de Normas Técnicas. Santa Fe de Bogotá, 1991.

ICONTEC 756 5p. Frutas y hortalizas frescas. Toma de muestras. 1 rev. 1978. Norma Colombiana

ICONTEC 878 Arvejas. Determinación de sólidos insolubles en alcohol.

ICONTEC 1009 Arvejas envasadas.

ICONTEC 1474 Compotas y coladas envasadas.

ICONTEC 1364 Concentrado de frutas

ICONTEC 1287 Concentrado de tomate

ICONTEC 932 Champiñones en conserva.

ICONTEC 1143 Frutas y legumbres. Determinación de ácido benzoico y sórbico y sus sales.

ICONTEC 929 Habichuelas envasadas

ICONTEC 404 Jugo de frutas

ICONTEC 783 Jugo de Manzana

ICONTEC 190 Jugo de tomate

ICONTEC 1201 Maíz dulce envasado

ICONTEC 285 Mermelada de frutas

ICONTEC 659 Néctares de frutas

ICONTEC 749 Piña en conserva

ICONTEC 695 Productos de frutas. Definiciones generales.

ICONTEC 192 Salpicón de frutas

ICONTEC 921 Salsa de tomate tipo catsup o ketchup.

ICONTEC 1288 Tomates enteros en conserva

ICONTEC 409 Colorantes para alimentos

ICONTEC 1582 Emulsificantes, estabilizantes, espesantes.

ICONTEC 1248 Aguacates

ICONTEC 1250 Alverja verde

ICONTEC 791 Alverja seca para consumo

ICONTEC 1251 Arracacha para consumo

ICONTEC 1475 Arroz descascarado para consumo

ICONTEC 1643 Arroz precocido

ICONTEC 1220 Berenjena

ICONTEC 1252 Cacao

ICONTEC 1222 Cebolla larga

ICONTEC 1374 Coliflor

ICONTEC 1262 Curuba

ICONTEC 940 Champiñones crudos

ICONTEC 1373 Espinacas

ICONTEC 882 Fresas

ICONTEC 871 Frijol para consumo

ICONTEC 1291 Frutas y hortalizas frescas. Generalidades.

ICONTEC 756 Frutas y hortalizas frescas. Toma de muestras.

ICONTEC 923 Garbanzos secos para consumo

ICONTEC 1253 Habichuela

ICONTEC 1263 Guayaba

ICONTEC 191 Jugo de Curuba

ICONTEC 1064 Lechugas
ICONTEC 937 Lentejas para consumo
ICONTEC 1264 Limón común
ICONTEC 1265 Lulo
ICONTEC 366 Maíz en grano para consumo
ICONTEC 1330 Mandarina
ICONTEC 1266 Mango
ICONTEC 748 Maní
ICONTEC 1267 Maracuyá
ICONTEC 832 Melones
ICONTEC 1268 Naranja
ICONTEC 1269 Ñame
ICONTEC 341 Papa de consumo
ICONTEC 1270 Papaya
ICONTEC 1271 Patilla
ICONTEC 1223 Pimentón
ICONTEC 729 Piña fresca
ICONTEC 1190 Plátano
ICONTEC 1224 Remolacha
ICONTEC 1225 Repollo
ICONTEC 484 Soya para consumo
ICONTEC 1129 Soya para consumo. Métodos de ensayo.
ICONTEC 1103 Tomates de mesa
ICONTEC 1272 Toronja
ICONTEC 604 Trigo para consumo
ICONTEC 883 Uvas de mesa
ICONTEC 1255 Yuca para consumo
ICONTEC 1226 Zanahoria

CAPITULO III

SUSTANCIAS GRASAS

3.1 INTRODUCCION

Las sustancias grasas constituyen una clase bien definida de materiales, solubles en éter y otros disolventes orgánicos, no solubles en agua, producidas en alguna cantidad por las plantas y todos los animales.

Son la fuente más concentrada de energía en la dieta, dando aproximadamente 9,3 calorías por gramo, mientras que las proteínas o los carbohidratos dan solamente 4 calorías por gramo. Algunas son además fuentes importantes de vitaminas A, D y E y de ácidos grasos no saturados esenciales como Oléico (C_{18} : 1), Linoléico (C_{18} : 2), Linolénico (C_{18} : 3) y Araquidónico (C_{20} : 4)[1].

Las grasas se clasifican con las proteínas y los carbohidratos, como sustancias alimenticias fundamentales y se consumen en gran cantidad. Actúan como lubricantes, plastificantes y buenos conductores del calor, comunicando sabores y texturas especiales a los alimentos que se cuecen con ellas.

En general se obtienen de algunas especies del reino animal y vegetal, en las cuales aparecen en cantidad y en forma fácil de beneficiar.

---

1. Nomenclatura ej. Araquidónico (C_{20}: 4) quiere decir que es un ácido con 20 carbonos en cadena y 4 insaturaciones.

Además de la alimentación, tienen otras aplicaciones industriales, de las cuales podemos citar:

a)Como formadores de revestimientos protectores elásticos y duraderos en la fabricación de pinturas, barnices, linóleos y tintas para imprenta. Estos usos se basan en la facilidad de polimerización que muestran los ácidos grasos insaturados.

b)Como fuentes de ácidos grasos se utilizan en la fabricación de jabones y otras sustancias de actividad superficial. Como subproducto en estas industrias queda el glicerol.

3.2 COMPOSICION

Las sustancias grasas naturales, es decir, sin refinar, están constituidas por:

a) Triglicéridos

b) Acidos grasos libres

c) Antioxidantes

d) Pigmentos

e) Vitaminas

f) Esteroles

g) Fosfátidos

h) Otros: Indicios de hidrocarburos, cetonas, etc.

a) Triglicéridos.

Los triglicéridos son ésteres del glicerol y ácidos alifáticos de molécula elevada o cadena larga, saturados y no saturados, llamados ácidos grasos.

Las ceras se diferencian de las grasas en que son ésteres de ciertos alcoholes monovalentes superiores en lugar de glicerol.

La grasa de lana, o lanolina y el aceite de ballena se consideran ceras.

Debido a que los radicales de los ácidos grasos constituyen la mayor parte de la molécula del glicérido (aproximadamente el 95 % de su peso), y también la porción reactiva, las propiedades físicas y químicas de una grasa o aceite dependen en gran parte de las propiedades de los ácidos grasos componentes.

En las grasas vegetales existe marcada tendencia de los ácidos grasos a distribuirse lo más uniformemente posible, de tal manera que no suelen existir triglicéridos sencillos, es decir, con un solo ácido graso en las tres posiciones.

Los ácidos grasos naturales son compuestos alifáticos monobásicos que constan invariablemente de un grupo carboxilo unido a una cadena carbonada lineal. Contienen un número par de átomos de carbono y difieren entre sí por el número total de átomos de carbono en su cadena y el número y posición de los enlaces etilénicos o dobles entre los átomos de carbono. El número de insaturaciones de un aceite depende del número medio de dobles enlaces en sus ácidos grasos. Pueden ser poli-insaturados, conjugados y no conjugados. En los de tipo conjugado, los enlaces sencillos y dobles se encuentran alternados. En los no conjugados, los dobles enlaces en la cadena carbonada están siempre separados por lo menos por dos enlaces sencillos.

Los ácidos más frecuentes en los aceites y grasas comestibles se registran en la Tabla 3.1

En general, las grasas tienen un punto de fusión cada vez más alto y se solidifican fácilmente a medida que aumenta el peso molecular medio de los ácidos grasos y a medida que disminuye su insaturación media (número de enlaces dobles). Aquí se dará a todos el nombre genérico de grasas, ya sean líquidos (aceites), semisólidos (mantecas, sebos). La Norma ICONTEC 199 define los aceites y las grasas en función de su apariencia a temperatura ambiente.

Puesto que los glicéridos trisaturados tienen puntos de fusión mucho más altos que los glicéridos que contienen uno o más radicales de ácidos no saturados, un resultado de la distribución uniforme consiste en que las grasas vegetales tienen por lo general, una temperatura de fusión más baja que las grasas animales de una composición equivalente de ácidos grasos.

Como se ha establecido experimentalmente, los diferentes ácidos grasos contienen diferentes grados de insaturación con hidrógeno. Esta diferencia estructural está relacionada con diferencias físicas, principalmente en el punto de fusión, como ya se dijo. De esto se deduce que a mayor proporción de ácidos insaturados en la molécula de

triglicérido, será mayor la tendencia del producto a ser líquido a temperatura ambiente. Por consiguiente, por introducción de hidrógeno en las moléculas, los ácidos grasos se saturan, y los aceites de los cuales forman parte, se endurecen formando los productos denominados mantecas. (Norma ICONTEC 198).

El grado medio de insaturación de una grasa o mezcla de ácidos grasos se mide por su índice de yodo (Norma ICONTEC 283) y el peso molecular medio, por el índice de saponificación (Norma ICONTEC 335) o su similar el índice de ésteres.

TABLA 3.1 ACIDOS GRASOS MAS COMUNES

Nombre	Fórmula Condensada	Pares Insaturados	Peso Molecular	Fuentes más Comunes
Butírico	$C_4H_8O_2$		88	Mantequilla
Palmítico	$C_{16}H_{32}O_2$		256	Aceite de palma
Láurico	$C_{12}H_{24}O_2$		200	Aceite de coco
Esteárico	$C_{18}H_{36}O_2$ C_{18}:2		284	Grasas de animales rumiantes, amplia mente distribuido en grasas naturales
Oléico	$C_{18}H_{34}O_2$ C_{18} : 1		282	
Linoléico =-	$C_{18}H_{32}O_2$ C_{18} : 2	9:10 12:13	280	Aceites vegetales como semilla de lino
Linolénico	$C_{18}H_{30}O_2$ C_{18} : 3	9:10 12:13 15 : 16	278	
Araquídico o Araquidónico	$C_{20}H_{40}O_2$		312.5	Solo en grasas animales
	C_{20} : 4	5:6 8:9 11:12 14:15		

La reactividad de un ácido graso no saturado, es consecuencia de la posición y el número de sus enlaces dobles. Los ácidos conjugados y sus ésteres son notables por la extrema rapidez con que se polimerizan.

b) Acidos Grasos Libres

Todas las sustancias grasas, como están constituidas principalmente por ésteres, se hidrolizan por diversos agentes químicos, dejando en libertad ácidos grasos. El contenido de ácidos grasos libres de una grasa cruda depende por lo general del grado en que la grasa ha sufrido hidrólisis enzimática en el material portador del aceite antes de la extracción.

En las grasas de buena calidad no hay más del 1% de estos ácidos pero en las grasas obtenidas de materiales estropeados puede ser mucho mayor.

El aceite de palma, los sebos y las grasas no comestibles contienen una proporción elevada de ellos (3 a 30 % expresados en ácido oléico).

La presencia de ácidos grasos libres se debe entonces a la descomposición de los glicéridos causada por tratamiento químico o por acción bacterial, acelerada por la luz y el calor. La cantidad que se encuentra en las grasas y aceites no es considerable aún cuando en el aceite de palma se presenta hasta un 75 % como palmítico ($C_{16}H_{32}O_2$, PM: 256).

Es muy importante conocer el contenido de ácidos grasos del aceite crudo para poder planear adecuadamente la neutralización en el proceso de refinación.

Las Normas ICONTEC fijan un valor máximo de 0,2 % de ácido oléico para los aceites refinados de ajonjolí, algodón, arroz, girasol, maíz y soya, y de 0,2 % de ácido láurico para el aceite de coco.

c) Antioxidantes

Las grasas vegetales naturales contienen cantidades pequeñas de antioxidantes que inhiben la oxidación, causa de la rancidez (0,05 a 0,2 %); en las grasas animales no se encuentran. Los hallados en las grasas vegetales son los llamados tocoferoles.

No se separan en grado apreciable en el proceso de la refinación, sin embargo, en el proceso de fabricación se acostumbra añadir otras sustancias antioxidantes que garanticen la estabilidad del producto durante algún tiempo. Los más usados son butilhidroxianisol (BHA),

el butilhidroxitolueno (BHT), galatos dodecílico, propílico y octílico, butilhidroxiquinona (TBHQ), tocoferoles y lecitina, palmitato y estearato de ascorbilo, tiodipropionato de dilaurilo.

Estos antioxidantes deben tener una toxicidad prácticamente nula y no impartir ningún sabor ni olor al producto, en tal forma que permitan conservar las características organolépticas propias del producto en el que se aplican.

La Norma ICONTEC 198 para manteca, fija el nivel máximo de los antioxidantes en 0,01 % y en 0,02 % en los aceites refinados.

d) Colorantes

El color rojo y amarillo característico de casi todas las grasas vegetales y algunas animales, se debe principalmente a pigmentos carotenoides. El aceite de oliva y algunos otros procedentes de semillas, como el de soya, contienen suficiente clorofila para tener un tono verdoso. El aceite de semillas de algodón está intensamente coloreado por pigmentos del tipo gosipol.

Todos los colorantes se reducen en la refinación por álcali y blanqueo por absorción. Sin embargo los colores parduscos y rojizos que se hallan en aceites dañados y que pueden ser productos de descomposición de proteínas y carbohidratos, son relativamente resistentes al tratamiento de refinación.

Los colorantes carotenoides disminuyen por hidrogenación, por tratamiento térmico o por oxidación. También se usa para la decoloración, la filtración por tierra de diatomáceas y por carbón activado.

e) Vitaminas

Son los compuestos de los aceites con valor nutritivo. Las que se encuentran principalmente son la A, la D y la E.

Vitamina A. Se presenta como tal en la mantequilla y en los aceites de pescado, especialmente en aquellos procedentes del hígado del animal.

La provitamina A (caroteno) se halla también en la mantequilla, en el aceite de palma sin blanquear y como indicios en otros aceites.

Vitamina D. Se encuentra en aceites de pescado y de hígado de pescado y en una pequeña proporción en la mantequilla.

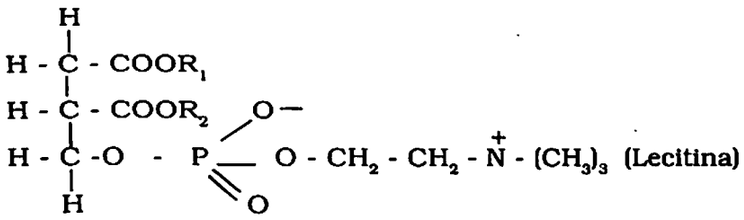
Vitamina E. Esta vitamina prácticamente es idéntica a los tocoferoles. Se halla solo en aceites de procedencia vegetal.

f) Esteroles

Constituyen la mayor parte de la materia no saponificable. Son químicamente inertes y no toman parte en ninguna propiedad del aceite. Sirven para sintetizar hormonas y vitamina D. El contenido de esteroles se puede reducir por tratamiento con vapor de agua a alta temperatura. En las grasas animales es característico el colesterol y en los vegetales una mezcla denominada Fitosteroles (Sitosterol, Estigmasterol).

g) Fosfátidos

Son componentes de un polialcohol (generalmente el glicerol) esterificados con ácidos grasos y ácido fosfórico, el cual a su vez está combinado con un compuesto básico nitrogenado.



(Lecitina)

Los más comunes son: La lecitina y la cefalina. Son solubles en las grasas y estando asociados con éstas en muchos tejidos vegetales y algunos animales, se encuentran a menudo en las grasas crudas.

Se separan del aceite o de la grasa en el desgomado o por refinación con un ácido o un álcali. En los aceites crudos se hallan entre el 1-3 % y bajan a $4x10^{-3}$ por refinación.

h) Otros Componentes

Los alcoholes grasos superiores en estado libre o combinados con ácidos grasos, dan ceras que se encuentran en algunos aceites vegetales como el de maíz, linaza, soya, etc. Se notan por el enturbiamiento que forman cuando se enfrían a bajas temperaturas. La cantidad total de cera no debe ser superior a 0,002 % del aceite. Contienen además indicios de hidrocarburos, cetonas y otros materiales no identificados que les comunican sus olores y sabores distintivos, los cuales son detectados por análisis sensorial (Mahecha, 1985)).

3.3 PROCESO DE PRODUCCION DE ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES Y OTROS PRODUCTOS GRASOS DE INTERES ALIMENTICIO

Materia Prima:

En general los aceites y grasas comestibles se obtienen a partir de las semillas de las plantas oleaginosas. En Colombia se cultivan el ajonjolí, la soya, el algodón, el girasol, la palma y el coco, como fuentes principales de este recurso. también se obtiene a partir del arroz y del maíz como subproductos de su beneficio.

3.3.1Obtención del Aceite Crudo

En general el primer paso es la obtención del aceite por expresión de las semillas; la torta resultante es aún rica en el aceite, por lo cual se somete a extracción con solventes, generalmente éter de petróleo, el cual se elimina posteriormente por destilación; las fracciones de aceite se reúnen constituyendo el aceite crudo. El subproducto de este es la torta, materia prima rica en fibra, otros carbohidratos y proteínas, utilizadas en la alimentación animal.

3.3.2 Proceso de Refinación

El aceite crudo se somete a una serie de procesos para adecuarlo al consumo. Las principales etapas son: El desgomado, la neutralización, el blanqueo, la desodorización y la climatización.

a) Desgomado

En esta etapa se tratan de eliminar las moléculas de fosfátidos, proteínas y carbohidratos. generalmente se efectúa poniendo en contacto el aceite con agua caliente y agitando. Las sustancias nombradas se hidratan y sedimentan en forma de floc, de tal manera que pueden separarse del aceite por decantación o filtración. Sin embargo, en algunos casos queda algún aceite ocluído en el floc, lo cual disminuye el rendimiento del proceso.

Otra forma de desgomado se efectúa tratando el aceite con ácido fosfórico, el cual actúa sobre los fosfátidos desnaturalizándolos y separándolos del aceite por precipitación. Este proceso combinado con una neutralización del ácido sobrante permite obtener buenos resultados con muy poca pérdida de aceite.

b) Neutralización

Este proceso se efectúa con soluciones de soda cáustica añadida en tal cantidad que apenas neutralice la acidez presente. Si esta acidez solo se debe a ácidos grasos libres, se forma jabón como subproducto. Si además de neutralizar los ácidos libres se neutraliza el ácido añadido en el proceso de desgomado, el subproducto será jabón más las sales sódicas correspondientes. Como resultado de este proceso se obtiene el aceite neutro.

c) Lavado

Como el jabón formado es parcialmente soluble en el aceite, es necesario eliminarlo lo cual se logra mediante lavados sucesivos con agua caliente.

A continuación se elimina la humedad que pueda quedar mediante un calentamiento a 70 - 80 °C y aplicando vacío.

d) Blanqueo

Algunos aceites se presentan demasiado coloreados por los pigmentos que proceden de la semilla, tales como carotenos, clorofila y xantofilas, por lo cual es necesario eliminar dicha coloración, poco aceptada por el consumidor. Para esto se pone en contacto el aceite con agentes absorbentes tales como carbón activado y algunos tipos de arcillas y luego se filtran.

e) Desodorización

Finalmente es necesario eliminar cualquier sustancia que le comunique olores desagradables como aldehídos, cetonas, tocoferoles, hidrocarburos, residuos de plaguicidas y ácidos grasos de bajo peso molecular que hubieran podido llegar hasta esta etapa. Esto se logra pasándole nuevamente vapor de agua.

f) Climatización

En ocasiones los aceites poseen triglicéridos de alto punto de fusión que precipitan comunicándole turbidez al producto, principalmente cuando se almacena a temperaturas de 15 grados o menores. Generalmente son triglicéridos ricos en ácido esteárico. Es necesario en este caso añadir glicéridos de menor punto de fusión o retirar por enfriamiento y decantación los de mayor punto de fusión, con lo que se logra que el producto final se mantenga brillante y transparente a temperaturas frescas y tenga mayor aceptación por el comprador.

3.3.3 Proceso de Hidrogenación

Cuando se pretende obtener un producto con consistencia semisólida o plástica, es decir una grasa, a partir de los aceites, se usa este proceso. Además, la hidrogenación mejora la resistencia de los productos a la oxidación atmosférica ya que disminuye las insaturaciones de los ácidos grasos.

El proceso de hidrogenación consiste en burbujear hidrógeno gaseoso en el aceite líquido y en presencia de un catalizador de la reacción, que casi siempre es lana o polvo de níquel. Se logra así que el hidrógeno sature los enlaces etilénicos de los ácidos grasos aumentando el punto de fusión del producto.

Generalmente, para distinguir entre una grasa natural y un aceite hidrogenado, basta detectar las trazas de níquel que quedan en este, mediante el método de la dimetilglioxima, con la cual se obtiene un precipitado de color rojo de níquel dimetilglioxima. Entre las características de los aceites hidrogenados, tienen mucha importancia la determinación de los caracteres organolépticos, el punto de fusión, el título y los índices de la acidez, saponificación y especialmente el índice de yodo.

La tecnología de hidrogenación de aceites es bien conocida y permite fabricar diferentes grasas para cocina y pastelería, productos que contienen diferentes proporciones de ácidos saturados e insaturados que les comunican cualidades específicas. Los ajustes en el proceso dependen entonces de la materia prima de partida y del producto que se desea obtener. En general se parte de grasas y aceites no usados tradicionalmente como comestibles, que al hidrogenarlos se transforman en sustancias aptas para la alimentación.

3.3.3.1 Aceites Hidrogenados

Se clasifican de acuerdo con su proceso de obtención en:

a) Aceite totalmente hidrogenado.

b) Aceite parcialmente hidrogenado, o sometido a un grado intermedio de hidrogenación.

c) Aceite superglicerinado, que contiene una proporción de glicerol, en forma de mono y diglicéridos, mayor que las grasas comunes.

d) Aceite hidrogenado fluido, obtenido al mezclar un aceite sin hidrogenar, o ligeramente hidrogenado, con una grasa altamente hidrogenada y un emulsificante de alto punto de fusión.

Estos productos deben ser incoloros e insípidos y libres de rancidez.

3.3.4 Aditivos

A los aceites se les añaden sustancias antioxidantes, pero no es permitido añadirles aromatizantes ni colorantes que les modifiquen sus características fisicoquímicas.

Los antioxidantes más utilizados, como ya se anotó, son: Butilhidroxianisol (BHA), butilhidroxitolueno (BHT), los galatos dodecílico, propílico y octílico y el ácido norhidroguayarético (NDGA), añadidos en concentraciones menores de 0,02 %.

Para otros productos, como las margarinas de mesa y las margarinas industriales, se añaden en el proceso de fabricación además de los antioxidantes citados, otros productos que permiten estabilizar la emulsión, llamados sinergistas, o como aromatizantes, saborizantes, colorantes, vitaminas y conservantes.

3.3.5 Otros Productos Grasos

3.3.5.1 Margarinas

En el comercio se encuentran dos clases de margarinas: Las de mesa y las de uso industrial. La Norma ICONTEC 241 define la margarina de mesa como una "grasa de consistencia plástica constituida por agua, leche o una mezcla de ambas, emulsionadas en grasas comestibles o en una mezcla de estas con aceites comestibles,.." "Debe tener olor y sabor delicados y agradables, debe estar libre de rancidez y de olores y sabores objetables.

El color amarillo será uniforme".

La margarina industrial la define la Norma ICONTEC 250 como la "grasa de consistencia plástica no apta para consumo humano directo, constituida por agua, leche, o una mezcla de ambas, emulsionadas en grasas comestibles o en una mezcla de estas con aceites comestibles.

La margarina de mesa debe contener un mínimo de 80 % de productos grasos, con un punto de fusión máximo de 36 °C y un 16 % máximo de humedad; la margarina industrial puede contener hasta un 75 % mínimo de productos grasos con un punto de fusión de 45 °C y un máximo de humedad de 21 %.

3.3.5.2 Aliñado Graso

El aliñado graso es un producto muy semejante a la margarina industrial, pero que puede contener según la Norma ICONTEC 251, hasta un mínimo de 53 % de productos grasos con punto de fusión máximo de 45 °C y humedad hasta un 40%.

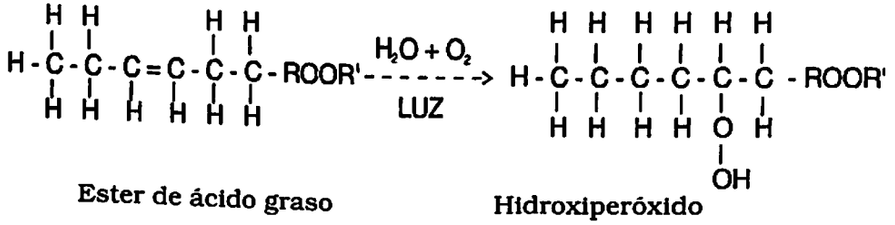
3.4. ALTERACIONES DE LOS ACEITES COMESTIBLES

3.4.1 Rancidez Oxidativa

La alteración que se presenta más comunmente en los aceites y grasas comestibles es la llamada rancidez, la cual estropea el sabor y el olor natural del aceite. Además, afecta la coloración normal empalideciéndola.

Se conocen varias causas químicas y biológicas que pueden causar dicha alteración, entre las cuales podemos citar:

El aire y la luz simultáneamente, principalmente en presencia de humedad y que aún sin su presencia hacen que el oxígeno del aire actué sobre los ácidos grasos insaturados de la molécula produciendo olor a "sebo" debido a la formación de peróxidos.



Ester de ácido graso Hidroxiperóxido

Esta reacción puede ser acelerada por la presencia de otros peróxidos, por eso no se deben mezclar aceites si no se sabe su estado, pues una pequeña cantidad de sustancia rancia puede dañar grandes volúmenes de sustancias sanas.

También los metales favorecen el proceso; por esta razón no son aconsejables envases de hojalata para estos productos.

Los peróxidos se descomponen formando ácidos libres de menor peso molecular, razón por la cual las sustancias rancias son ácidas. Por oxidación de los ácidos grasos saturados se forman metilcetonas y por oxidación de los ácidos grasos no saturados se obtienen

aldehídos. Por lo tanto se pueden distinguir dos tipos de enranciamiento: El cetónico y el aldehídico llamado también "autooxidación".

3.4.2 Sabores Extraños

Algunas veces el producto absorbe olores debidos a sustancias químicas solubles en él. Es posible encontrar aceites con sabor a pintura, a petróleo o a resina procedente de las cajas de embalaje. Por esta razón es necesario almacenar los aceites y grasas comestibles en sitios libres de olores extraños.

3.4.3 Daños Enzimaticos

La molécula del triglicérido puede dividirse en glicerol y ácidos grasos, por acción de enzimas existentes en el aceite en forma natural, desde su origen en las células vegetales. Estas enzimas generalmente se inactivan en el proceso de refinación. Sin embargo, si el proceso no fué lo suficientemente eficiente pueden quedar y empezar a actuar en presencia de pequeñas cantidades de humedad. A estas enzimas se les da el nombre de "lipasas". También en el proceso de rancidez oxidativa pueden colaborar otras enzimas llamadas "lipoxidasas" existentes también en el aceite crudo.

3.4.4 Daño Microbiológico

Si la materia prima, ya sea de origen vegetal o animal, está biológicamente contaminada por microorganismos lipolíticos, es posible que las grasas resultantes sufran deterioro rápidamente. Es necesario controlar la humedad del producto para evitar dicha acción, ya que puede encontrarse contaminado aún a niveles de 0,3 % de humedad.

3.4.5 Reversión

En algunas sustancias que contienen moléculas que poseen más de dos dobles enlaces en la cadena, puede producirse el fenómeno de la reversión, que es una reordenación molecular que afecta el sabor del producto. A esto se atribuye el sabor cremoso de la mantequilla en la cual, por contacto con el aire, se forma el 4-cis-heptenal : CH_3-CH_2-CH=CH-CH_2-CH_2-CHO.

Según Badui este fenómeno no está relacionado con la oxidación de las grasas ya que sucede aún en productos con bajos índices de peróxido y además el olor es diferente al producido por rancidez. El

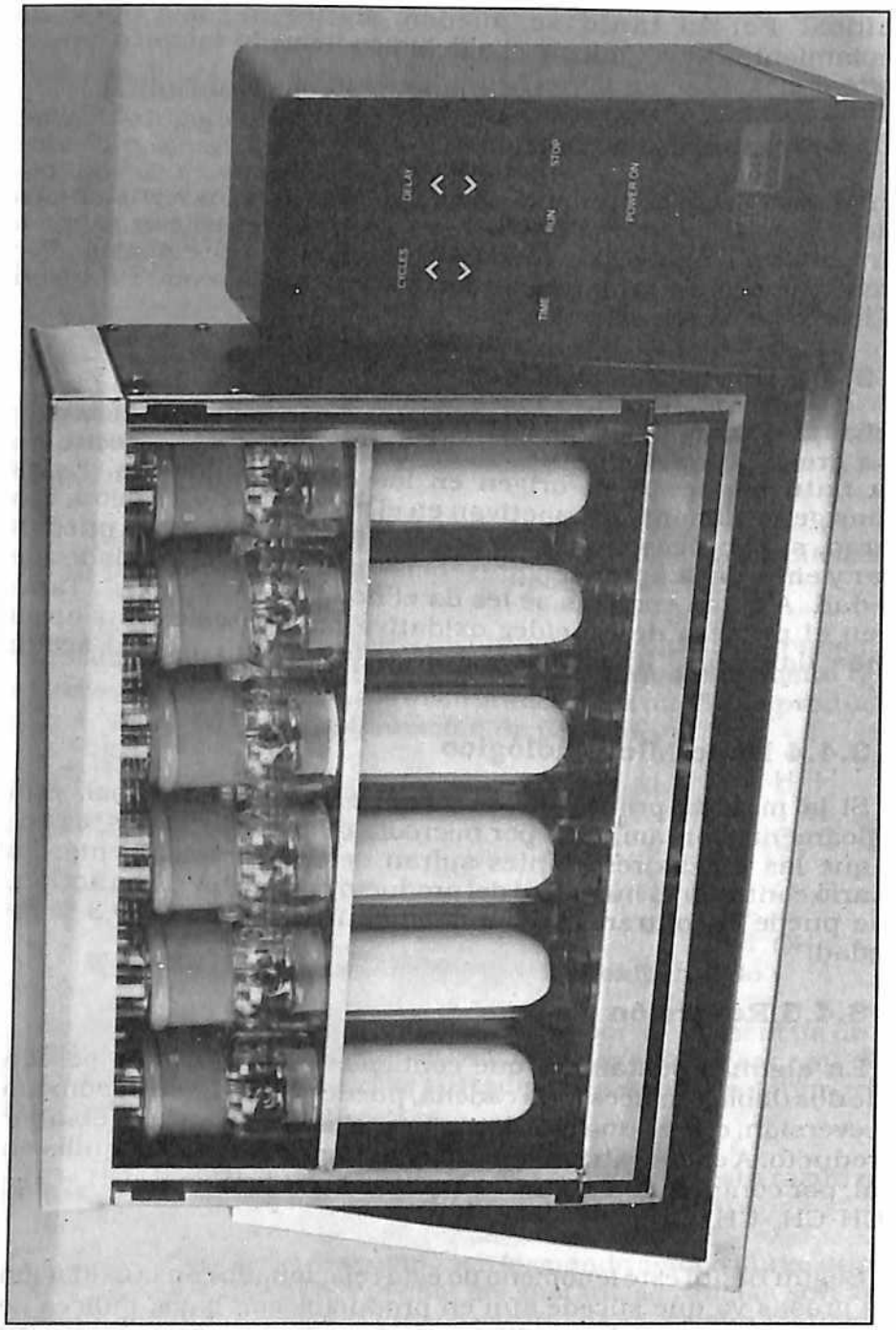


Figura 3.1. Equipo para determinar rancidez de grasas y aceites. Extractor de equilibrio

aceite de soya revertido desarrolla olores que recuerdan inicialmente a la mantequilla y que se transforman posteriormente a césped, a pintura y finalmente a pescado. Parece ser que este deterioro se presenta cuando existe ácido linolénico en la molécula del triglicérido. Los compuestos que se forman son derivados aldehídicos y cetónicos.

3.4.6 Desecación y Polimerización

En algunas sustancias que son ricas en ácidos grasos poliinsaturados como el linoléico y el linolénico , se forman películas transparentes y se hacen más densos cuando se exponen al aire. La velocidad de formación de la película es diferente y se dice que el aceite es más "secante" cuanto más pronto se forme. Los aceites que presentan esta alteración pueden tener otras aplicaciones diferentes a la de la alimentación, como base de barnices, por ejemplo, en cuyo uso se aprovecha esta propiedad.

3.5. ADULTERACIONES DE LOS ACEITES COMESTIBLES

La adulteración más común es la de la mezcla de un aceite determinado, con otro de menor valor comercial, para rebajar costos, por ejemplo la adición de aceite de pescado a los aceites vegetales.

Esta adulteración se puede detectar cuando en la mezcla se usan aceites que presentan componentes no comunes como es el caso de gosipol en el aceite de algodón, el sesamol en el aceite de ajonjolí y el escualeno en el aceite de oliva los cuales pueden evidenciarse mediante reacciones específicas. El aceite de pescado se detecta organolépticamente debido a que comunica olor y sabor característicos.

En algunas mezclas de aceites es bastante difícil esta investigación debido, además, a que tienen propiedades físicas y químicas muy semejantes. En el capítulo correspondiente al Análisis, se reportan algunos criterios que pueden ser de utilidad al afrontar una adulteración de esta clase.

Otra adulteración puede presentarse por adición de aceites livianos de petróleo. Algunos de estos aceites son incoloros, inodoros y no son nocivos para la salud, aún cuando en ocasiones su acción lubricante sobre el tracto digestivo puede ser molesta.

Sin embargo, son sustancias que no aportan ningún valor nutritivo y como ya dijimos las grasas se consideran un grupo

importante de nutrientes. Puesto que estas sustancias no son saponificables, se puede detectar fácilmente su presencia por esta reacción. Además alteran todas las constantes físicas y químicas del aceite comestible presente, puesto que lo están diluyendo.

3.6 ANALISIS DE UN ACEITE O GRASA VEGETAL O ANIMAL

El tipo de determinaciones analíticas a las que se debe someter una muestra de esta clase depende de diferentes intereses: Por ejemplo, los productores nacionales están interesados principalmente en cumplir las especificaciones de las normas establecidas en el país; los exportadores e importadores deben certificar que su producto cumpla las normas internacionales; y el consumidor, principalmente el que los consume como materia prima, debe contar con un producto genuino y en buen estado, que garantice la uniformidad del proceso y del producto que intenta obtener.

También el gobierno, mediante sus oficinas de control fija qué características deben tener las sustancias para exigir su cumplimiento.

En general las Normas ICONTEC fijan algunos parámetros, que permiten usualmente, determinar la pureza de una muestra dada, si responde a las características del producto genuino o las estipuladas en el comercio o en el caso de un producto de fuente desconocida, determinar que componentes están presentes.

Se acostumbra entonces determinar las constantes analíticas del aceite o de la mezcla por medio de pruebas físicas y químicas que dan valores característicos para las distintas sustancias grasas y conociendo que la variación de la "constante" es muy pequeña para un determinado producto puro.

La prueba de que un aceite es puro es mucho más sencilla que identificar los componentes de una mezcla, los cuales podrían detectarse por comparación de varias constantes.

Es evidente también que las diferencias en las constantes para los varios productos se deben enteramente:

-A diferencias en el peso molecular promedio de los ácidos grasos que están presentes, o la proporción relativa de los ácidos de alto y bajo peso molecular.

-Al número relativo de uniones dobles dependiendo de la proporción de ácidos insaturados tales como oléico y linoléico, que puedan estar presentes.

De las constantes que se van a describir, es típica del primer grupo el llamado índice de saponificación, el cual es una medida del peso molecular de los ácidos presentes y los índices de Reichert-Meissl y de Polenske, que dependen de la proporción de ácidos de bajo peso molecular, solubles e insolubles en el agua, respectivamente.

El índice de Reichert-Meissl es útil en análisis de mantecas, las cuales presentan valores entre 2,0 y 3,0 y en los aceites de pescado que también presentan a veces números elevados.

El índice de Polenske sirve para reconocer la grasa de coco.

Para determinar la proporción de ácidos insaturados presentes, son típicos el valor de yodo y el número de Maumené. Ciertas constantes como la gravedad específica y el punto de fusión, son más generales, puesto que son el resultado de los valores debidos a todos los ácidos presentes.

El problema se simplifica por el hecho de que algunos productos pueden contener glicéridos y algunos ácidos característicos, como el butírico en la mantequilla y el araquídico en el aceite de maní, o también pueden contener impurezas definidas que dentro de ciertos límites pueden servir para caracterizarlos, como ya se expuso anteriormente.

3.6.1 Métodos Físicos

3.6.1.1 Densidad o Gravedad Específica

Esta es una constante que no varía mucho para un aceite determinado cuando está puro y fresco, pero es afectada por la edad, rancidez y cualquier tratamiento especial que se le haga al aceite. Se determina según la Norma ICONTEC 336.

Los valores que se especifican para algunos aceites son los siguientes:

TABLA 3.2 DENSIDAD DE ALGUNOS ACEITES COMESTIBLES

Aceites	Densidad (g/cc^3)	Norma ICONTEC
Aceite de Coco	0,919-0,917	252
Aceite de Soya	0,924-0,917	254
Aceite de Maíz	0,920-0,917	255
Aceite de Ajonjolí	0,921-0,916	256
Aceite de Algodón	0,918-0,916	257
Aceite de Palma (del pericarpio de la palma africana)	0,918-0,910	262
Aceite de Maní	0,915-0,909	261
Aceite de Oliva	0,915-0,909	258
Aceite de Arroz	0,921-0,916	259
Aceite de Girasol	0,918-0,915	264
Aceite de Palmiste (de la semilla de la palma africana)	0,913-0,900	260

Los valores obtenidos se deben a diferentes ácidos grasos presentes, aumentando cuando aumenta el peso molecular de los ácidos combinados y con un aumento en los porcentajes de ácidos insaturados e hidroxilados.

3.6.1.2 Indice de Refracción

Las temperaturas a que se acostumbra informar son 25 °C en el caso de aceites y 40 °C para grasas sólidas. Es deseable hacer las lecturas lo más cercano a estas temperaturas.

Si la lectura está a una temperatura superior o inferior, debe corregirse en 0,000365 por cada grado, recordando que el índice de refracción aumenta a medida que disminuye la temperatura. El gran valor del índice de refracción como constante analítica, estriba en la facilidad de tomarlo y en que se necesita muy poca muestra. Por esta razón se usa a menudo en el examen de rutina de muchas muestras o como una prueba de sorteo.

En las sustancias grasas el índice de refracción varía en forma igual que la gravedad específica. Ambos aumentan al aumentar la proporción de ácidos no saturados y a medida que aumenta el peso molecular. Una excepción notable es la mantequilla, la cual teniendo en cuenta su alta proporción de ácidos de bajo peso molecular, tiene

un índice de refracción más bajo que el de las otras grasas animales, aún cuando su gravedad específica es más alta.

En la Tabla 3.3 se reportan los valores dados por el ICONTEC para los índices de refracción de algunos aceites refinados.

TABLA 3.3 INDICE DE REFRACCION DE ALGUNOS ACEITES COMESTIBLES

Aceites	Indice 25 °C	Norma ICONTEC
Aceite de Coco (40 °C)	1,4500-1,4480	252
Aceite de Soya	1,4760-1,4720	254
Aceite de Maíz	1,4740-1,4700	255
Aceite de Ajonjolí	1,4740-1,4700	256
Aceite de Algodón	1,4720-1,4680	257
Aceite de Palma	1,4560-1,4530	262
Aceite de Maní	1,4700-1,4670	261
Aceite de Oliva	1,4698-1,4715	258
Aceite de Arroz	1,4730-1,4700	259
Aceite de Girasol	1,4750-1,4710	264
Aceite de Palmiste	1,4520-1,4990	260

3.6.1.3 Examen a la Luz Ultravioleta

Casi todas las sustancias grasas por la acción de la luz ultravioleta, presentan una intensa fluorescencia, que muchas veces es característica de determinada sustancia. Así por ejemplo, la mantequilla da una fluorescencia amarilla, la margarina y la grasa de coco la dan violeta o azul violeta.

Esta reacción permite descubrir la presencia hasta de un 10 % de grasa de coco o de margarina en la mantequilla, disolviendo la muestra en un solvente orgánico como el éter de petróleo y haciendo la observación a la luz ultravioleta.

3.6.1.4 Prueba Fría

Con esta prueba se determina la menor temperatura a la cual un aceite conserva sus características. Según la American Oils Chemical Society (AOCS) 1971 un aceite pasa esta prueba cuando permanece completamente claro y sin cristalización después de 5,5 horas en un

baño de hielo; la presencia de trazas de cristales de grasa indica la terminación de la prueba. Según Badui (1986) los aceites empleados en mayonesas, aderezos y otros productos alimenticios que requieren refrigeración, deben pasar forzosamente esta prueba. Un aceite que resiste la prueba fría por 20 horas se considera muy bueno.

3.6.1.5 Punto de Humo

Según Guzmán y Bermúdez (1989), el punto de humo se define como la temperatura más baja a la cual se desprenden los productos gaseosos de descomposición de los lípidos cuando son sometidos a calentamiento a temperaturas relativamente altas.

El punto de humo varía de manera inversa con el índice de acidez y por eso los aceites sin refinar presentan puntos de humo más bajos que los aceites refinados. Así el aceite de maíz crudo presenta humos en suficiente cantidad para ser visibles a 178 °C y el mismo refinado, los presenta a 227 °C. El aceite de soya crudo tiene punto de humo a 210 °C y refinado a 256 °C.

Esta propiedad varía además con la composición en ácidos grasos, en tal forma que los productos que contienen ácidos grasos de cadena más corta presentan punto de humo a temperaturas menores.

3.6.2. Métodos Químicos

3.6.2.1 Indice de Acidez

Se entiende por índice de acidez, o valor ácido, los miligramos de KOH necesarios para saturar los ácidos grasos libres contenidos en un gramo de muestra. El resultado de la titulación con álcali en presencia de fenolftaleína se puede expresar también como porcentaje de ácido oléico ($C_{18}H_{34}O_2$, peso molecular 282). Su determinación está descrita en la Norma ICONTEC 218.

La acidez de un aceite se expresa también en grados de Koettstorfer que representan los cm^3 de KOH 1,0 N necesarios para neutralizar la acidez libre de 100 g de sustancia grasa. A continuación aparece la Tabla 4, en la cual se registran los equivalentes de índices de acidez dados por varios autores.

Como cada vez cobra mayor importancia conocer que ácidos grasos conforman las moléculas de los triglicéridos en un aceite determinado, Metcalfe 1966 describe un método mediante el cual es posible determinar cualitativa y cuantitativamente el contenido de ácidos grasos de un aceite utilizando cromatografía de gases para lo

cual se prepara el éster metílico de los mismos. Se pueden utilizar varios detectores pero el más común es la ionización de llama.

TABLA 3.4 EQUIVALENCIAS DE LOS INDICES DE ACIDEZ

mg de KOH por 1 g de muestra	Acido oléico por 100 g de muestra	Grados Koettstorfer
1	0,5027	1,782
1,9893	1	3,546
14,0250	7,0500	25,000
0,5610	0,2820	1

3.6.2.2 Indice de Saponificación

El índice de saponificación o número de Koettstorfer es el número de miligramos de KOH requeridos para saponificar un gramo de aceite o grasa.

Los aceites o grasas que consideramos, como son ésteres glicéridos de ácidos grasos, pueden hidrolizarse en glicerol y ácidos grasos o pueden descomponerse por bases en glicerol y sales de ácidos grasos. Una reacción típica de la última clase es la llamada saponificación.

$$C_3H_5(C_{17}H_{35}COO)_3 + 3KOH \longrightarrow C_3H_5(OH)_3 + 3C_{17}H_{35}COOK$$

Estearina — Glicerol — Estearato de potasio

Las diferencias encontradas en el valor de saponificación se deben al hecho de que los ésteres de los ácidos de bajos pesos equivalentes, requieren más base para la saponificación que el mismo peso en gramos de aquellos de más alto peso equivalente. La determinación está descrita en la Norma ICONTEC 335.

En el procedimiento debe usarse el alcohol más puro posible para preparar el KOH, porque el alcohol comercial contiene una cantidad apreciable de aldehídos, los cuales en presencia de la potasa forman una resina aldehídica amarilla que se oscurece gradualmente dificultando la percepción del punto final. Por esta razón es necesario

tratar previamente el alcohol con permanganato y someterlo a destilación antes de preparar la solución.

Si el aceite saponificado es aún muy oscuro para ser titulado, puede diluirse con alcohol neutralizado. La saponificación y la titulación deben llevarse a cabo con el menor acceso de aire posible puesto que la solución alcalina tiende a carbonatarse.

Esta también es la razón para correr un blanco paralelo.

El número de saponificación es inversamente proporcional a los pesos moleculares promedio de los ácidos grasos presentes.

Es el principal valor para indicar la presencia de ácidos grasos bajos como los que existen en el aceite de coco o en la mantequilla.

En la Tabla 3.5 se recogen algunos valores informados por las Normas ICONTEC y por otros autores, para índices de saponificación.

3.6.2.3 Indice de Esteres

Si al índice de saponificación se le resta el índice de acidez se obtiene el índice de ésteres, que corresponde al número de miligramos de álcali necesarios para la saponificación de los ésteres y se expresa de igual manera que el índice de saponificación. En la práctica de laboratorio se propone una marcha analítica para determinar este valor.

TABLA 3.5 INDICE DE SAPONIFICACION DE ALGUNOS ACEITES COMESTIBLES

Aceites	Indice de Saponificación	Norma ICONTEC
Aceite de Coco	264 - 250	252
Aceite de Soya	195 - 198	254
Aceite de Maíz	193 - 187	255
Aceite de Ajonjolí	195 - 188	256
Aceite de Algodón	198 - 189	257
Aceite de Palma	205 - 195	262
Aceite de Maní	195 - 188	261

Continuación

Aceites	Indice de Saponificación	Norma ICONTEC
Aceite de Oliva	196 - 188	268
Aceite de Arroz	194 - 181	259
Aceite de Girasol	194 - 188	264
Aceite de Palmiste	255 - 245	260

3.6.2.4 Materia no Saponificable

La materia no saponificable no excede del 1 al 2 % en las grasas y aceites vegetales crudos. Para los aceites refinados las Normas ICONTEC fijan su máximo valor permisible según el tipo de aceite. Se determina según la Norma ICONTEC 235 y algunos valores permitidos se registran en la Tabla 6. La presencia de cualquier cantidad apreciable de esta materia se detectará si al añadir a la solución del jabón en potasa alcohólica un poco de agua, aparecen gotas de aceite o una emulsión blancuzca, debida a que las sustancias presentes son incapaces de formar un jabón soluble en los álcalis.

TABLA 3.6 MATERIA INSAPONIFICABLE EN ACEITES REFINADOS

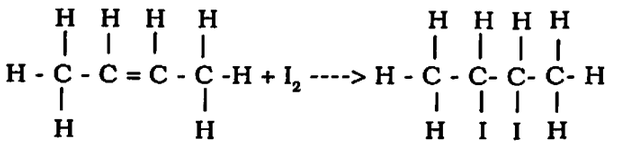
Aceites	% Máximo	Norma ICONTEC
Aceite de Coco	0,5	252
Aceite de Soya	1,5	254
Aceite de Maíz	1,25	255
Aceite de Ajonjolí	1,8	256
Aceite de Algodón	1,5	257
Aceite de Palma	0,8	262
Aceite de Maní	1,0	261
Aceite de Oliva	1,8	258
Aceite de Arroz	1,3	259
Aceite de Girasol	1,25	264
Aceite de Palmiste	0,8	260

Generalmente estas sustancias no saponificables pueden ser sustancias resinosas, parafina o aceites minerales. Si su proporción es insignificante, puede estar constituida por fitosteroles (sustancias grasas vegetales) o colesterol (sustancias grasas animales). En el aceite de oliva se presenta en el residuo insaponificable un hidro-

carburo no saturado, de fórmula condensada $C_{30}H_{50}$ al cual se le da el nombre de "Squaleno".

3.6.2.5 Indice de Yodo

El yodo se adiciona a los enlaces dobles de los ácidos insaturados cuantitativamente bajo condiciones controladas.



En esto se basa químicamente la determinación del índice de yodo, el cual se define como: "El número de gramos de yodo absorbidos por 100 gramos de aceite o grasa". Las reacciones de titulación del yodo con tiosulfato son las siguientes:

$$(I_3)^- + 2e^- \longrightarrow 3I^-$$

$$2S_2O_3^{=} - 2e^- \longrightarrow S_4O_6^{=}$$

$$(I_3)^- + 2S_2O_3^{=} \longrightarrow 3I^- + S_4O_6^{=}$$

El punto final se registra por la desaparición del complejo azul del yodo con el almidón. Esta determinación es quizá el mejor método para clasificar los aceites, pues permanece casi inalterada por ligeros cambios en el estado del mismo; además, permite caracterizar la muestra, dando una base para saber si la muestra es pura o se encuentra mezclada.

Se han propuesto tres métodos generales para esta determinación, similares en su técnica; se diferencian solo en la solución de halógeno utilizada así:

METODO	SOLUCION HALOGENANTE
Hübl	Yodo en alcohol
	$HgCl_2$ en alcohol
Wijs	Cloruro de yodo en ácido acético
Hanus	Yodo bromuro en ácido acético.

Los dos últimos están descritos en la Norma ICONTEC 283.

En la guía de laboratorio se proponen los métodos de Hanus y de Wijs, los cuales deben efectuarse por duplicado y corriendo un blanco de reactivos. La diferencia entre la cantidad gastada en la titulación con tiosulfato del blanco y del problema, referida a la correspondiente cantidad de yodo, da la cantidad de yodo absorbida por la muestra así:

$$\text{Indice de yodo} = \frac{(B - S) \times N \times 12{,}69}{\text{peso muestra en gramos}}$$

B =Número de cm^3 de $Na_2S_2O_3$ 0,1 N necesarios para la titulación en blanco

S =Número de cm^3 de $Na_2S_2O_3$ 0,1 N requeridos en la titulación de la muestra

1 cm^3 de $Na_2S_2O_3$ 0,1 N = 0,01269 g de I

Como se había dicho, los resultados del índice de yodo permiten clasificar los aceites así:

Los aceites secantes (como el de linaza) y los de pescado tienen índices de yodo muy elevados que pasan de 120. Los aceites no secantes (oliva, maní, almendras) tienen índices de yodo inferiores a 100.

Los aceites semisecantes (algodón, ajonjolí, maíz) tienen índices de yodo intermedios. Las grasas vegetales tienen índices de yodo entre 30 y 60 exceptuando algunas ceras cuyo número de yodo es inferior a 11. Las grasas animales también tienen índices de yodo inferiores a 90.

Villavecchia 1945 propone que si conocemos los constituyentes de una mezcla de dos aceites podemos calcular el porcentaje de cada uno mediante las siguientes fórmulas:

$$x = \frac{100\,(I - n)}{m - n}$$

$$y = 100 - x$$

En las cuales:
x = % grasa M
y = % grasa N

m = Indice de yodo de M pura
n = Indice de yodo de N pura
I = Indice de yodo de la mezcla

El índice de yodo puede variar ligeramente con la edad y la forma de conservación de las materias grasas. Generalmente los materiales viejos y mal conservados tienen un valor inferior al mismo material fresco o bien conservado. Esta variación es más crítica para los aceites secantes que absorben fácilmente el oxígeno del aire.

En la Tabla 3.7 se muestran algunos valores de índices de yodo registrados en las Normas ICONTEC y propuestos por otros autores.

3.6.2.6 Pruebas para Enranciamiento

Para detectar esta alteración se utilizan generalmente dos métodos: El de Fallenberg y el de Kreiss.

a) Método de Fallenberg

Emplea una modificación del reactivo de Schiff (fuchina decolorada con anhídrido sulfuroso en medio ácido), que al ponerse en contacto con la sustancia grasa disuelta en cloroformo da una coloración violeta en presencia de aldehídos.

TABLA 3.7 VALORES DE INDICE DE YODO

Aceites	Indice de Yodo	ICONTEC	Norma No.
Aceite de Coco		10,5-7,5	252
Aceite de Soya	127-135	141-120	254
Aceite de Maíz	111-128	128-103	255
Aceite de Ajonjolí	103-115	188-103	256
Aceite de Algodón	101-117	113-99	257
Aceite de Maní	83-103		261
Aceite de Oliva	80-83		268
Aceite de Arroz		108-99	259
Aceite de Girasol		136-125	264

b) Reacción de Kreiss

Se basa en la investigación del aldehído epihidrínico y se aplica a las sustancias grasas refinadas, pues la no refinadas pueden dar la reacción

sin estar rancias. El reactivo es una solución etérea de floroglucina e medio ácido, la cual, en presencia del aldehído da una coloración roja.

Para cuantificar el enranciamiento se utiliza el método del índice de peróxidos, en el cual se determinan todas las sustancias presentes que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones del método. Este valor se expresa en miliequivalentes por 1000 gramos de muestra y es aplicable a todas las sustancias grasas. El método es empírico y cualquier variación en el procedimiento afecta los resultados.

3.6.2.7 Indice de Maumené

Es el número de grados centígrados correspondientes al calor producido por la sulfonación del aceite. El procedimiento consiste en mezclar 10 cm^3 de H_2SO_4 concentrado con 50 gramos de aceite o grasa y medir el ascenso de temperatura mientras se agita la mezcla. La diferencia de temperaturas es el índice de Maumené. Los detalles de la prueba son muy importantes para obtener resultados reproducibles, pues ligeras discrepancias en la manipulación causan serias desviaciones en los resultados obtenidos.

Los aceites que han sufrido oxidación muestran un aumento en el índice de Maumené y una disminución en el índice de yodo.

TABLA 3.8 INDICE DE MAUMENE DE ALGUNOS ACEITES

Aceite de Maíz	180
Aceite de Algodón	155
Aceite de Ajonjolí	155
Aceite de Maní	125
Aceite de Oliva	100
Aceite de Soya	90

3.6.2.8 Indice de Acidos Volátiles o de Reichert-Meissl

Es el número de cm^3 de álcali decinormal necesarios para neutralizar los ácidos volátiles solubles en agua, obtenidos de 5 gramos de sustancia grasa en determinadas condiciones. En esta prueba es necesario hacer una determinación en blanco de reactivos.

La determinación del índice de ácidos volátiles es de importancia para un número limitado de sustancias. Es importante en los análisis de mantecas, las cuales presentan valores entre 20 y 30 y algunos aceites de pescado que también presentan a veces números elevados.

TABLA 3.9 INDICE DE ACIDOS VOLATILES DE ALGUNOS ACEITES

Aceite de Coco	6,6-8,4
Aceite de Maíz	0,3-3,5
Aceite de Algodón	0,6
Aceite de Palma	0,8-1,9
Aceite de Maní	0,5
Aceite de Ajonjolí	1,2

3.6.2.9 Indice de Polenske

Es el número de cm^3 de álcali decinormal requeridos para neutralizar los ácidos grasos volátiles insolubles, destilados de 5 gramos de grasa.

Esta determinación puede conjugarse con la de Reichert Meissl corriendo también un blanco de reactivos como en el método anterior. La solución de jabón que se obtiene debe ser perfectamente clara e incolora o ligeramente amarillenta. Las grasas viejas o rancias dan a menudo una solución de jabón parda oscura, no utilizable para la determinación de este valor. Una grasa vieja o rancia puede mostrar un índice de Polenske bajo y uno de Reichert Meissl anormalmente alto.

En el caso de aceites rancios, el índice de yodo y el índice de refracción decrecen mientras que la gravedad específica, el índice de Reichert Meissl, el valor de Polenske, el valor ácido y la materia insaponificable tienden a aumentar.

3.6.2.10 Examen de la Mezcla de Acidos Grasos

Cuando las pruebas del aceite no dan una información definitiva y hay suficiente muestra disponible, es ventajoso determinar ciertas constantes de sus ácidos grasos, como sus puntos de fusión y solidificación, su índice de yodo y su índice de refracción.

Para preparar los ácidos grasos se efectúa inicialmente una saponificación utilizando una solución de potasa-glicerol. Luego se

disuelve el jabón formado con ácido sulfúrico, dejando en libertad los ácidos grasos que se separan en forma de una capa aceitosa que flota en la superficie. Se sifonea la capa acuosa y se lava hasta que quede libre de acidez mineral.

Título: Es la determinación del punto de solidificación de una mezcla de ácidos grasos presentes en un aceite.

Es esencial seguir los detalles del proceso cuidadosamente, prestando especial atención a que los ácidos grasos estén secos. Las determinaciones deben hacerse mínimo por duplicado y sus resultados no deben diferir en más de 0,1 °C. Las variaciones observadas pueden atribuirse a la no uniformidad en el método de agitación.

3.6.2.11 Otros Ensayos

a) Prueba de Halphen

Esta prueba sirve para detectar cualitativamente la presencia de aceite de algodón. Se basa en la reacción producida por el gosipol en presencia de azufre en bisulfuro de carbono, la cual desarrolla un color rojo en la solución. La prueba es bastante sensible y detecta fácilmente la presencia hasta de un 1 % de este aceite en la mezcla, Sin embargo, si el aceite ha sufrido tratamientos térmicos a altas temperaturas, del orden de 200 °C o más, parece que se destruye el gosipol y no produce la reacción esperada.

b) Prueba de Villavecchia-Fabris

Esta prueba permite identificar el aceite de ajonjolí. La prueba se basa en la reacción del sesamol con solución de furfural en medio alcohólico y clorhídrico. El color rojo producido es soluble en agua y por eso pasa a la capa acuosa. Esta prueba puede verse obstaculizada por la presencia de una coloración violeta producida por el ácido clorhídrico y el furfural.

c) Reacciones Cromáticas Generales

Existen además, por lo menos cuatro grupos de reactivos que permiten distinguir varios grupos de aceites vegetales. Las más conocidas son:

Reacción de Hauchecorne. Utiliza el ácido nítrico en frío y en caliente. Es especial para los aceites de oliva, almendra, avellana,

maní, ajonjolí, algodón, linaza y nueces con los cuales produce coloraciones características.

Reacción de Brullé. Utiliza ácido nítrico y albúmina seca de huevo. Los aceites de oliva, maní, almendras y avellanas producen un líquido turbio color pajizo. Otros se tornan de color amarillo, anaranjado o pardo. El aceite de maíz toma color anaranjado subido o rosáceo con los tres reactivos descritos. Para los detalles de los métodos se pueden consultar obras especializadas como la Química Analítica Aplicada de Víctor Villavecchia.

d) Secantividad

Algunos aceites cuando se exponen al aire se densifican y secan gradualmente formando películas transparentes y elásticas, debido a la acción del oxígeno atmosférico. La apreciación del grado de secantividad de un aceite se efectúa extendiendo unas gotas de muestra sobre una lámina de vidrio y dejándolo resguardado del polvo y en posición horizontal a unos 20 °C durante 24 horas. Si el aceite es secante la capa se espesa poco a poco, se endurece y finalmente se transforma en una película transparente y elástica, no untuosa. Cuanto más pronto llegue a este punto, tanto más secante es el aceite. Para distinguir entre un aceite secante y otro no secante se utiliza el Ensayo Elaidínico, basado en la transformación de la oleína líquida en su isómero la oleína sólida, por acción del ácido nitroso. El método se encuentra en descrito en la guía de laboratorio.

3.7 GUIA PARA EL LABORATORIO. ANALISIS DE GRASAS Y ACEITES

3.7.1 Preparación de la Muestra

Colocar la muestra en un recipiente con tapa y guardarla en un sitio protegido de la luz y del aire.

3.7.2 Gravedad Específica. A.O.A.C 28.007/84, 920.212-213/90. Adaptado.

Determinarla por medio del picnómetro a 25 °C; si la muestra es una grasa se calienta hasta que funda, se determina el peso específico y se corrige, aumentando o disminuyendo 0,00064 por cada grado de diferencia entre la temperatura de la determinación y 25 °C, según la fórmula

$$G = G' + 0{,}00064\ (T-25)$$

3.7.3 Indice de Refracción. A.O.A.C. 28.009/84. 921.08/90

Determinarlo con el refractómetro Abbé a 20 o a 25 °C. Si la muestra es una grasa, fundir y determinar el índice de refracción a 40 °C. Corregir la lectura aumentando o disminuyendo según el caso, 0,000365 por cada grado de diferencia entre la temperatura de la determinación y 25 °C recordando que el índice disminuye a medida que aumenta la temperatura.

3.7.4 Indice de Acidez. A.O.A.C. 28.032/84, 940.28/90. Adaptado

Reactivos: a) KOH 0,05 N (2,8 g/dm³)

b) Indicador de fenolftaleína al 1 % en alcohol

c) Alcohol neutralizado

Procedimiento: Pesar exactamente una muestra vecina a 5 gramos en un erlenmeyer. Añadir 25 cm³ de alcohol neutralizado y unas gotas de fenolftaleína, calentar al baño maría, agitar para disolver los ácidos grasos y valorar con la solución de KOH. Reservar la solución neutralizada para la determinación del índice de ésteres.

Calcular el índice de Acidez.

$Ia = V \times N \times 56 \times (1/pm)$

V = cm³ de solución valorante

N = Título de la solución valorante

pm = Masa de la muestra en gramos

O en porcentaje de ácido oléico

1 cm³ de KOH 0,1 N = 0,028 gramos de ácido oléico

3.7.5 Indice de Esteres. A.O.A.C. 28.029/84, 920.160/90. Adaptado

Reactivos: a) KOH 1,00 N (solución alcohólica) (56 g/dm³)

b) HCl 0,50 N (18,25 g/dm³)

Purificación del alcohol: Agregar al alcohol, permanganato de potasio cristalizado hasta coloración roja permanente. Dejar en reposo por algunas horas, agregar carbonato de calcio en polvo y destilar haciendo uso de un balón Kjeldahl y regulando la destilación de modo que destilen 50 cm^3 de alcohol en 20 minutos. El alcohol destilado se ensaya tomando 10 cm^3 e hirviendo con un cm^3 de KOH al 50 %. No debe tomar coloración después de 20 minutos. En caso contrario, agregar más permanganato de potasio al alcohol y volver a destilar. Con este alcohol preparar el KOH.

Procedimiento: Sobre la solución reservada en 3.7.4, añadir 25 cm^3 de la solución valoradora de KOH 1,00 N; hervir durante 1 hora bajo reflujo; enfriar y valorar el exceso de álcali con la solución ácida valorada (V_2). Tratar un blanco de reactivos simultáneamente con la muestra y valorarlo con la misma solución ácida (V_1). Guardar la solución si se quiere determinar la materia insaponificable. Calcular el índice de saponificación Is y de ésteres Ie.

$$Ie = (V_1 - V_2)N \times 56 \times 1/pm$$

$$Is = Ia + Ie$$

3.7.6 Prueba Cualitativa Para Aceites Minerales o materia Insaponificable

En un tubo de ensayo añadir 10 gotas de aceite y 5 cm^3 de KOH alcohólico, calentar sobre baño de agua hirviendo por algunos minutos y con agitación frecuente para asegurar que la saponificación sea completa. Añadir 15 cm^3 de agua, gota a gota, a la solución caliente de jabón, agitando y observando después de cada adición. La formación de una turbidez indica la presencia de aceites minerales o materia insaponificable.

En el caso de adulteración con aceites minerales la muestra presentará, además, valores bajos en los índices de yodo y saponificación, proporcionales al aceite mineral presente.

Determinación Cuantitativa de la Materia Insaponificable. A.O.A.C. 28.038/84, 933.08/90. Adaptado.

Trasvasar cuantitativamente el líquido reservado en la determinación del índice de ésteres, a un embudo de decantación. Lavar el erlenmeyer con una porción de 50 cm^3 de éter etílico y pasar el éter de lavado al embudo. Extraer la disolución y dejar separar las capas. Separar la capa etérea pasándola a otro embudo de decantación que

contenga 20 cm^3 de agua. Repetir el procedimiento de extracción tres veces reuniendo los extractos etéreos, después reunir los extractos, agitar cuidadosamente con los primeros 20 cm^3 de agua y separar la capa acuosa.

Repetir el lavado con agua hasta que las aguas de lavado no den reacción alcalina a la fenolftaleína. Verter el extracto etéreo en un erlenmeyer previamente tarado. Evaporar el disolvente y secar a la estufa a una temperatura no mayor de 80 °C, dejar enfriar y llevar hasta peso constante.

3.7.7 Prueba de Villavecchia-Fabris (para aceite de Ajonjolí)

En un tubo verter dos o tres gotas de solución alcohólica de furfural, 1 cm^3 del aceite problema, 1 cm^3 de HCl concentrado. Agitar y dejar en reposo para que se separen las capas. Una coloración roja en la capa acuosa, color que aumenta en intensidad con el tiempo, es prueba positiva de la presencia de aceite de ajonjolí. Detecta hasta un 0,5 % de este aceite en la mezcla.

3.7.8 Prueba de Halphen (para aceite de algodón)

Reactivo de Halphen modificado, se prepara disolviendo 1 gramo de azufre en 100 cm^3 de sulfuro de carbono y agregando 100 cm^3 de alcohol amílico.

Verter en un tubo de ensayo 5 cm^3 de aceite, 1 gota de piridina y 3 cm^3 de reactivo de Halphen y calentar la mezcla al baño maría hirviente durante media hora. (CUIDADO CON LLAMAS CERCA. INFLAMABLE).

Si la solución se tiñe de amarillo rosado o rojo es positiva para aceite de algodón. La prueba detecta hasta 0,5 % de este aceite en una mezcla.

3.7.9 Ensayo de Kreiss (para rancidez)

Verter en un tubo de ensayo 1 cm^3 de aceite, 10 cm^3 de HCl concentrado y agitar fuertemente durante 30 segundos. Añadir luego 1 cm^3 de una solución de floroglucinol en éter etílico al 0,1 %.

Agitar nuevamente durante 20 segundos y dejar en reposo. Si la capa ácida toma coloración rosada o roja, el aceite o grasa están más o menos rancios.

3.7.10 Indice de Peróxido A.O.A.C. 28.025/84. 965.33/90

Aparatos:

Pipeta de Mohr de 1 cm^3 de capacidad

Erlenmeyer de 250 cm^3 con tapa de vidrio

Reactivos:

Solución de ácido acético-cloroformo. Mezclar tres partes en volumen de ácido acético glacial con una parte en volumen de cloroformo.

Solución de yoduro de potasio. Solución saturada en agua recientemente hervida y fría. Disolver 13 gramos de sal en 10 mililitros de agua. La presencia de cristales asegura una saturación completa.

Solución de Tiosulfato de sodio ($Na_2S_2O_3$) 0,1 N

Preparación:

Disolver una cantidad aproximada a 25 g de $Na_2S_2O_3$ $5H_2O$ en un litro de agua. Hervir cuidadosamente por 5 minutos, dejar enfriar en el recipiente tapado y en la oscuridad. Trasvasar a una botella de vidrio oscuro para almacenamiento, la cual debe haber sido tratada previamente con mezcla crómica y lavada cuidadosamente con agua destilada.

Solución indicadora de almidón al 1% en agua.

Suspender 1 g de almidón R.A. en 5 cm^3 de agua fría. Añadir con agitación a 100 ml de agua hirviendo y continuar la ebullición por unos minutos.

Dejar enfriar. Añadir dos gotas de cloroformo como preservativo.

Estandarización:

Calentar una cantidad aproximada de 1 gramo de $K_2Cr_2O_7$ R.A. por 2 horas a 100 °C y dejar enfriar en un desecador. Pesar exactamente una cantidad vecina a 0,2 gramos del dicromato seco y pasarlo cuantitativamente a un erlenmeyer de 250 ml. Añadir 80 cm^3 de H_2O y 2 gramos de KI. Agitar y agregar 20 cm^3 de HCl 1 N, tapar con un vidrio de reloj y colocar inmediatamente en la oscuridad por 10 minutos.

Titular con la solución de tiosulfato añadiendo solución indicadora de almidón cuando ya se haya consumido casi todo el yodo.

Calcular la normalidad de la solución de tiosulfato sabiendo que el yodo liberado del yoduro de potasio es equivalente al dicromato presente.

$$p_{eq}\ K_2Cr_2O_7 = 294.2/6 = 49.03$$

$$\text{Normalidad} = \frac{\text{g } K_2Cr_2O_7 \text{ x } 1000}{\text{cm}^3\ Na_2S_2O_3 \text{ x } 49.03}$$

Procedimiento:

Pesar 5 gramos de muestra en una ampolleta. Pasar a un erlenmeyer de 250 cm^3 y añadir 30 cm^3 de la solución de ácido acético y cloroformo. Agitar para solubilizar la muestra. Agregar 2,5 cm^3 de la solución saturada de yoduro de potasio, utilizando una pipeta graduada. Dejar en reposo, con agitación ocasional, por un minuto exacto y luego añadir 30 cm^3 de agua destilada. Titular con el tiosulfato añadiéndolo gradualmente con agitación constante y vigorosa. Continuar la titulación hasta casi desaparición del color amarillo. Añadir más o menos 0,5 cm^3 de indicador de almidón y continuar la titulación agitando vigorosamente cerca al punto final, el cual se alcanza cuando desaparece el color azul.

Si la titulación gasta menos de 0,5 cm^3, repetirla utilizando solución de tiosulfato al 0,01 N recién preparada.

Correr un blanco de reactivos en cada serie de determinaciones. La titulación blanco no debe ser mayor de 0,1 cm^3 de la solución 0,1 N de tiosulfato.

Cálculos:

$$\text{Valor peróxido meq/1000 g} = \frac{(Vm - Vb)\ N \text{ x } 1000}{\text{Peso muestra}}$$

Vm =cm^3 de tiosulfato de sodio gastados en la titulación de la muestra.

Vb =cm^3 de tiosulfato de sodio gastados en la titulación del blanco.

N =Normalidad del tiosulfato de sodio

3.7.11 Indice de Yodo - Método de Hanus. A.O.A.C. 28.021/84. 920.158/90. Adaptado

Reactivos:

a) Solución de Tiosulfato 0,1 N

b) Solución patrón de IBr. Disolver 13,2 gramos de yodo en un litro de ácido acético glacial (Es necesario pulverizar el yodo y añadirlo por pequeñas porciones al ácido acético hasta que se disuelva, antes de añadir una nueva porción. La solución puede calentarse a 30 °C para facilitar la disolución del yodo). Añadir 3 cm^3 de bromo a la solución fría. Titular con el tiosulfato en presencia del almidón.

c) Indicador de almidón al 1%

d) Solución de KI al 15 %

Procedimiento:

Pesar en una ampolleta entre 0,1 - 0,2 g si se trata de un aceite secante; 0,2 - 0,3 g si es semisecante; 0,3 - 0,4 g si es no secante y 0,4 - 0,5g si es una grasa sólida, y colocarla en un frasco de yodo o en un erlenmeyer de 250 ml, con tapa esmerilada. Añadir 10 cm^3 de cloroformo para ayudar a disolver la muestra por rotación. Agregar 25 cm^3 exactos de la solución valorada de IBr y dejar tapado y en la oscuridad durante media hora, agitando a intervalos de 5 minutos. Con la tapa del frasco inclinada, añadir 10 cm^3 de solución de KI al 15 % para recoger todos los vapores de yodo y enjuagar bien con 100 cm^3 de agua destilada. Titular con el tiosulfato 0,1 N hasta casi decoloración y añadir 1 cm^3 del indicador de almidón (si se añade el indicador de almidón cuando hay mucho yodo, se forman grumos y la titulación no es exacta). Continuar la titulación hasta decoloración completa.

Realizar una prueba testigo utilizando las mismas cantidades de solución de yodo y demás reactivos.

Calcular el índice de yodo

$I_I = (a - b)N \times (126,9/1000) \times (100/pm)$

donde:

a= cm^3 de $Na_2S_2O_3$ para la prueba blanco

b= cm^3 de $Na_2S_2O_3$ gastados en la muestra

Ipeq = 126,9/1000

N= Normalidad de la solución de tiosulfato

pm= Peso de la muestra en gramos

O sabiendo que:

1 cm^3 de solución 0,1 N de yodo = 0,0127 g de yodo

Método de Wijs. A.O.A.C. 28.023/84. 920.159/90

Solución de Wijs. Disolver 13 gramos de yodo sublimado en un litro de ácido acético glacial. Separar una porción de 25 cm^3. En el volumen restante pasar gas cloro, previamente lavado y seco con H_2SO_4, hasta que se vea un cambio en la solución. Entonces añadir la porción reservada para neutralizar cualquier exceso de cloro libre. Guardar en frasco oscuro con tapa de vidrio. Esta solución no es estable y se deteriora después de un mes.

Otra forma de preparar la solución de Wijs: Disolver 8 gramos de tetracloruro de yodo en 200 cm^3 de ácido acético glacial; aparte disolver 9 gramos de yodo en 300 cm^3 de tetracloruro de carbono. Mezclar estas dos soluciones y completar a un volumen de 1000 cm^3 con ácido acético glacial.

Determinar la relación I/Cl como sigue:

Contenido de yodo. Tomar una alícuota de 5 cm^3 de solución de Wijs en un erlenmeyer de 500 ml que contenga 150 cm^3 de agua saturada con cloro y algunas perlas de vidrio. Agitar, calentar hasta ebullición y mantener en este estado 10 minutos. Enfriar. Añadir 30 ml de H_2SO_4 (1+49) y 15 cm^3 de solución de KI al 15 % y titular inmediatamente con solución de tiosulfato de sodio 0,1 N.

Contenido total de halógeno. Tomar una alícuota de 20 cm^3 de la solución y pasarla a un erlenmeyer de 500 cm^3 que contenga 150 cm^3 de agua recientemente hervida y fría y 15 cm^3 de solución de KI al 15 %. Titular inmediatamente con solución de tiosulfato de sodio 0,1 N.

Calcular la relación mediante la fórmula:

$$I/Cl = \frac{2X}{(3B - 2X)}$$

Donde:

X= cm^3 de solución de tiosulfato 0,1 N requeridos para titular el yodo solo.

B =cm^3 de la solución de tiosulfato 0,1 N requeridos para titular los halógenos totales.

Esta relación debe ser de 1,10 ± 0,1

Determinación:

En la siguiente Tabla se indica la masa adecuada que debe tomarse para el análisis, según el índice que se espera

Valor de Yodo	g de muestra
3	10,58 - 8,46
10	3,17 - 2,5
20	1,59 - 1,27
40	0,79 - 0,63
80	0,40 - 0,32
120	0,26 - 0,21
160	0,20 - 0,16
200	0,16 - 0,13

Pesar la cantidad adecuada de la muestra, fundida y filtrada previamente si es necesario, en una ampolleta u otro recipiente adecuado. Sumergir el recipiente con la muestra en un erlenmeyer con tapa esmerilada de 500 cm^3 de capacidad, que contenga 20 cm^3 de CCl_4. Añadir 25 cm^3 de solución de Wijs utilizando una bureta o una pipeta aforada en cuyo caso hay que dejarla drenar un tiempo definido. Tapar, agitar y dejar en reposo y en la oscuridad durante 30 minutos a temperatura ambiente.

Para aceites con índice de yodo superior a 150 se debe prolongar el tiempo de reposo a 1 hora.

Añadir 20 cm^3 de solución de KI al 15 % y 100 cm^3 de agua recientemente hervida y fría. Titular con la solución de tiosulfato en la forma usual. Hacia el final de la reacción, tapar el recipiente y agitar vigorosamente de tal manera que cualquier cantidad de yodo que aún permanezca en la solución de CCl_4 tenga contacto con la solución de KI.

Efectuar una determinación blanco, siguiendo el mismo procedimiento y utilizando la misma pipeta o bureta para la adición de la solución de Wijs.

Calcular el índice de yodo en la forma usual.

3.7.12 Indice de Reichert-Meissl. A.O.A.C. 28.039/ 84. 925.41/90. Adaptado

Reactivos:

a) Soda-glicerol, añadir 20 cm^3 de una solución de NaOH al 50 % a 180 cm^3 de glicerol grado U.S.P.

b) Acido sulfúrico diluido. Añadir 200 cm^3 de ácido (densidad 1,84) a 700 cm^3 de agua destilada. Completar a un litro con agua.

c) Fenolftaleína al 1 % en etanol

d) NaOH 0,1 N acuosa

Procedimiento: pesar exactamente 2,5 g de muestra en un balón de destilación de 300 cm^3. Añadir 20 cm^3 de la solución soda-glicerol y calentar hasta saponificación completa o sea hasta que la solución quede completamente clara. Figura 3.2

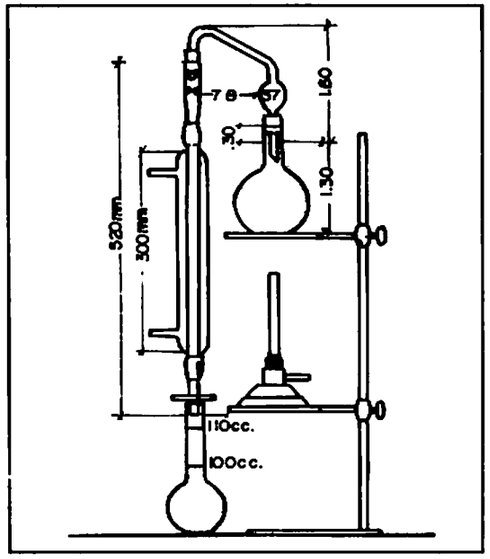


Figura 3.2. Equipo para la determinación del índice de Reichert - Meissl

Agitar suavemente el balón si se presenta espuma. Añadir 135 cm^3 de agua destilada recientemente hervida y fría, gota a gota al principio, para evitar la formación de espuma. Añadir 6 cm^3 de H_2SO_4 diluido y piedra pómez. Conectar el balón al aparato de destilación y destilar regulando la temperatura para recoger 110 cm^3 de destilado en 30 minutos. El destilado debe recogerse a una temperatura no mayor de 20 °C.

Cuando se hayan recibido 110 cm^3, reemplazar el recipiente recolector por una probeta de 25 cm^3 y retirar la llama. Mezclar suavemente el destilado y sumergirlo en agua a 15 °C durante 15 minutos. Filtrar los 110 cm^3 de destilado sobre papel seco. Titular 100 cm^3 con NaOH 0,1 N en presencia de fenolftaleína hasta que la coloración rosada permanezca 2 a 3 minutos. Reservar el papel de filtro con su contenido para el Indice de Polenske. Calcular el índice de Reichert -Meissl.

3.7.13 Indice de Polenske. A.O.A.C. 28.039/84. 925.41/90. Adaptado

Procedimiento:

Remover los ácidos solubles remanentes sobre el papel de filtro lavando con tres porciones de 15 cm^3 de agua, pasándolos previamente por el condensador y la probeta. Disolver los ácidos insolubles pasando tres porciones de 15 cm^3 de alcohol neutro a través del condensador, la probeta y el papel de filtro. Titular los lavados alcohólicos combinados, con NaOH 0,1 N usando fenolftaleína como indicador. Repetir el procedimiento sobre la prueba en blanco. Calcular el Indice de Polenske.

3.7.14 Título (punto de solidificación de ácidos grasos). A.O.A.C. 28.015/84. 942.18/90. Adaptado

Reactivos:

a) Solución glicerol-KOH. Disolver 25 gramos de KOH en 125 gramos de glicerol.

b) H_2SO_4 diluido. Mezclar 16 cm^3 de H_2SO_4 concentrado con 70 cm^3 de agua.

Procedimiento: Calentar 55 gramos de la mezcla glicerol-KOH a 150 °C en un vaso de 400 cm^3 y añadir 25 cm^3 del aceite o grasa fundida. calentar y agitar durante 15 minutos para asegurar una saponificación completa, es decir, cuando se obtiene una solución

completamente homogénea. Enfriar ligeramente y añadir 200 cm^3 de agua; cuando se solubilice completamente el jabón, añadir con agitación 25 cm^3 de ácido sulfúrico diluido.

Calentar la solución con agitación frecuente y añadiendo agua si es necesario, hasta que la capa de ácidos grasos esté completamente fundida y clara. Sifonear la capa acuosa ácida. Añadir agua a los ácidos grasos, hervir 2-3 minutos y nuevamente sifonear la capa acuosa. Repetir los lavados hasta que el agua salga neutra al naranja de metilo. Remover los ácidos grasos en tal forma que no incluyan agua y filtrarlos mientras están fundidos, a través de papel de filtro rápido. Calentar a 130 °C sobre placa caliente o en la estufa, para remover cualquier traza de agua y verterlos en el tubo de ensayo.

Colocar el tubo, el termómetro y el agitador en la forma que indica la Figura. Agitar verticalmente a la velocidad de 100 movimientos completos (arriba-abajo) por minuto, suspendiendo la agitación cuando la temperatura esté a 10 °C por encima del punto de solidificación. Agitar nuevamente hasta que la temperatura permanezca constante 30 segundos o sufra un aumento en un intervalo menor de 30 segundos. Descontinuar la agitación inmediatamente y observar el aumento en la temperatura. El título es la más alta temperatura alcanzada en este instante.

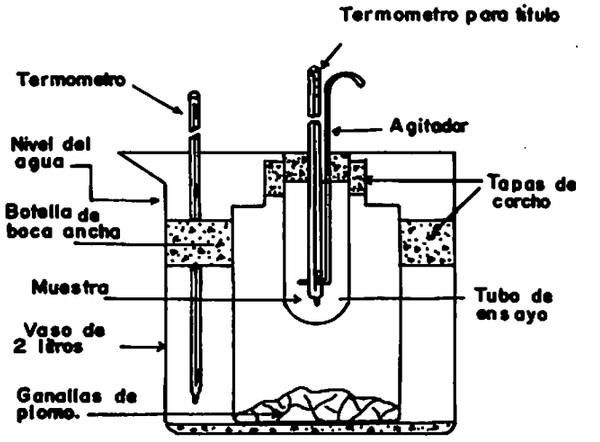


Figura 3.3. Aparato para determinar el Título

3.7.15 Prueba de Elaidina

Procedimiento: Pesar 10 gramos de aceite, agregar 5 cm^3 de HNO_3 (densidad 1,40). Agitar por 2 minutos. agregar 1 gramo de mercurio metálico y disolver agitando, a una temperatura no menor de 25 °C, dejar en reposo media hora.

Con el aceite de oliva se obtiene una masa sólida blanca o amarillenta. Los aceites de algodón y ajonjolí y otros semisecantes, dan una masa semisólida o pastosa coloreada. Los aceites secantes dan un líquido entre anaranjado y pardo.

Otros Análisis

Las determinaciones físicas y químicas suelen ser complementadas con el análisis sensorial, el cual permite determinar fácil y económicamente el estado de los materiales alimenticios. . Este no es el tema de la presente obra pero quien esté interesado se le recomienda la publicación Evaluación Sensorial en el Control de Calidad de Alimentos Procesados, de Mahecha, G. (1985).

3.8 BIBLIOGRAFIA

A.O.A.C. Oficial methods of analysis Association of Official Analytical Chemists. Arlintong, USA, 14thEd. 1984, 15thEd. 1990.

BADUI, DERGAL S. Quimica de los Alimentos. Editorial Alhambra, México D.F., 1986.

BELITZ, H. D., GROSCH, W. Quimica de los Alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1988.

BERNARDINI, E. Vegetable oils and processing. Publishing House, Roma, 1983.

FENEMA, O. R.Introducción a la ciencia de los alimentos. Ed. Reverté, España, 1982.

GUZMAN, R., BERMUDEZ, A.S. Quimica de Alimentos. Módulo para la Universidad Estatal Abierta y a Distancia. UNISUR-MEN, Bogotá, 1989.

KAIRUZ DE CIVETTA, Luz A. Introducción al estudio de la composición de los alimentos. Ed. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1984.

LESLIE, HARD F., JOHNSTONE FISHER, H. Análisis moderno de los alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1971.

MAHECHA, Gabriela. Evaluación sensorial en el control de calidad de alimentos procesados. Ed. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1985.

METCALFE, L. D., SCHMITZ, A.A., PELKA, J.R. Rapid preparation of fatty acid esters from lipids for gas chomatography analysis. *Anal. Chem* 38, 514 (1966).

PEARSON, D. Técnicas de laboratorio para el análisis de alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1986.

SALLEE, E.M. Official and tentative methods of the American Oil Chemists Society. (rev). Ed. A.O.C.S. Chigago, Ill., 1971.

VARGAS, Wenceslao. Fundamentos de ciencia alimentaria. Fundación para la Investigación y la Docencia. Bogotá, Colombia, 1984.

VILLAVECHIA, V. Tratado de quimica analitica aplicada. Editorial Gustavo Gili, Barcelona, 1945.

ICONTEC, INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS. "Normas de fabricación de aceites y Grasas Vegetales y Animales". Santa Fe de Bogotá, 1991.

ICONTEC 635 Aceite crudo de ajonjolí o sésamo

ICONTEC 636 Aceite crudo de algodón

ICONTEC 637 Aceite crudo de coco

ICONTEC 431 Aceite crudo de palma africana

ICONTEC 432 Aceite crudo de palmiste

ICONTEC 505 Aceite crudo de soya

ICONTEC 256 Aceite de ajonjolí o sésamo

ICONTEC 257 Aceite de algodón

ICONTEC 259 Aceite de arroz
ICONTEC 263 Aceite de babassu
ICONTEC 252 Aceite de coco
ICONTEC 264 Aceite de girasol
ICONTEC 255 Aceite de maíz
ICONTEC 261 Aceite de maní
ICONTEC 266 Aceite de nabo
ICONTEC 258 Aceite de oliva
ICONTEC 262 Aceite de palma
ICONTEC 260 Aceite de palmiste
ICONTEC 265 Aceite de semillas o pepitas de uva
ICONTEC 254 Aceite de soya
ICONTEC 400 Aceites comestibles
ICONTEC 251 Aliñado graso
ICONTEC 390 Grasa bovina u ovina comestible
ICONTEC 1142 Grasas. Determinación del contenido de grasa
ICONTEC 508 Grasas. Determinación del contenido de humedad
ICONTEC 199 Grasas y Aceites. Definiciones y clasificación
ICONTEC 219 Grasas y Aceites. Determinación de rancidez (Reacción de Kreis)
ICONTEC 240 Grasas y Aceites. Determinación de sustancias extrañas
ICONTEC 218 Grasas y Aceites. Determinación de la acidez
ICONTEC 336 Grasas y Aceites. Determinación de la densidad
ICONTEC 287 Grasas y Aceites. Determinación de la humedad y sustancias volátiles
ICONTEC 235 Grasas y Aceites. Determinación de la materia insapo-nificable
ICONTEC 564 Grasas y Aceites. Determinación del color
ICONTEC 1147 Grasas y Aceites. Determinación del contenido de jabón residual
ICONTEC 236 Grasas y Aceites. Determinación del índice de peróxido
ICONTEC 289 Grasas y Aceites. Determinación del índice de refracción
ICONTEC 335 Grasas y Aceites. Determinación del índice de saponificación
ICONTEC 283 Grasas y Aceites. Determinación del índice de yodo
ICONTEC 213 Grasa y Aceites. Determinación del punto de fusión
ICONTEC 217 Grasas y Aceites. Extracción de muestras
ICONTEC 457 Grasa y Aceites. Identificación de aceite de ajonjolí
ICONTEC 458 Grasas y Aceites. Identificación de aceite de algodón
ICONTEC 571 Grasas y Aceites. Identificación de Aceite de pescado
ICONTEC 198 Manteca
ICONTEC 241 Margarina de mesa
ICONTEC 250 Margarina industrial
ICONTEC 270 Productos grasos sólidos. Empaques

CAPITULO IV

AGUA POTABLE

4.1 INTRODUCCION

El 60 % del organismo humano está constituido por agua, la cual llena las células y sirve de vehículo activo a todos los fluidos que lo animan, constituyéndose en sustancia indispensable para la vida. El contenido acuoso del cuerpo tiende a disminuir en proporción a dos litros por día en un individuo adulto, por funciones tales como la orina y el sudor, produciéndose a veces un déficit considerable; de ahí la gran importancia que tiene su ingestión en la nutrición humana.

El agua se puede ingerir sola, como constituyente de numerosos alimentos en estado natural o cocidos, o en forma de bebida. Otra parte se forma dentro del organismo por la combustión de las grasas, los carbohidratos y la proteínas.

Las bebidas hídricas comprenden las aguas potables y algunas aguas minerales, que son bebidas naturales y que suministran al organismo las sales que contienen, además, las que se preparan con el zumo de algunas frutas, agua y azúcar, como las limonadas, las naranjadas, etc, que son de consumo inmediato porque se alteran fácilmente y otras como los llamados Néctares, que se preparan a partir de jugos naturales y cuyo proceso de fabricación y envase permite su conservación por algún tiempo.

Las artificiales, que pueden ser simples, preparadas únicamente con agua y anhídrido carbónico, o compuestas, que contienen azúcar como elemento energético, esencias, colorantes, anhídrido carbónico y a veces sustancias estimulántes, son las llamadas con el nombre

genérico de Gaseosas entre nosotros y que llevan nombres de fantasía. Podemos referirnos también a aquellas que se preparan para mezclarlas con las bebidas destiladas, como las mismas gaseosas simples o compuestas, o las que contienen principios amargos como el agua de quina y muchas más.

Además en la industria de alimentos, el agua se utiliza para diversos fines, como materia prima o como vehículo para operaciones tales como producción de vapor, transporte, lavado, selección y pelado de productos.

Es además elemento indispensable como fluido de intercambio térmico en procesos de calentamiento y enfriamiento, condensación de vapores, así como para limpieza de locales, maquinaria y protección contra el fuego.

Cada aplicación exige una calidad de agua pero en general en la industria de alimentos, toda el agua que se emplea debería cumplir los reqisitos prescritos para el agua potable.

4.2 DEFINICION

El Ministerio de Salud Pública, en el Decreto 2105 del 26 de Julio de 1983, define el agua potable como "aquella que por reunir requisitos físicos, químicos y bacteriológicos al ser consumida por la población humana no produce efectos adversos a su salud".

El agua, indispensable para el organismo, puede tener diferentes procedencias: Agua de lluvia que lleva disueltas aquellas sustancias que encuentra al atravesar las capas atmosféricas (oxígeno, anhídrido carbónico, amoníaco, ácidos nítrico y nitroso, etc) y que en las ciudades y en los lugares donde existen fábricas se va contaminando con otras sustancias y microorganismos que en muchos casos pueden ser patógenos; el agua de los ríos, cuya bondad depende de su composición química; la de aljibe, cuya pureza depende, además, de la mayor o menor permeabilidad de las paredes del pozo, que permita o no su contaminación con aguas negras; las de pozos artesianos que se encuentran a una profundidad más o menos grande y finalmente las aguas de fuentes que son las más aptas para la alimentación del hombre.

Para saber en forma segura si un agua cumple con los requisitos de potabilidad, lo más aconsejable sería, una vez efectuado el análisis, proceder a efectuar un estudio del lugar de procedencia, estableciendo las condiciones geológicas e hidrológicas y observar si hay posibilidad de contaminación bacteriológica por aguas negras. Como en la mayoría

de los casos no es posible para el analista efectuar estas observaciones, debe atenerse a los resultados analíticos y hacer la interpretación correspondiente basándose en los límites de tolerancia que se han establecido para las sustancias disueltas contenidas en el agua; hay que hacer la observación de que estos límites son relativos, ya que pueden variar de acuerdo con la naturaleza del suelo y el hecho de sobrepasar dichos límites en algunos casos, no puede atribuirse a que el agua sea impotable; así por ejemplo, si el agua en examen atraviesa un terreno rico en sulfatos o un terreno turboso, estará túrbia y no podría atribuirse este problema a la presencia de productos de descomposición de sustancias animales.

4.2.1 Requisitos de Calidad

Según el mencionado Decreto, en Colombia el agua potable debe cumplir requisitos físicos, químicos y bacteriológicos; consignaremos a continuación los valores admitidos para estas variables.

4.2.1.1 Características Físicas

La Tabla 4.1 resume las principales características físicas que debe presentar un agua potable.

4.2.1.1.1 pH o Reacción Acida o Alcalina

El agua potable debe ser neutra o ligeramente alcalina. El valor de pH deberá estar comprendido entre 6,5 y 9 y el valor deseable debe estar entre 7 y 8,5 (decreto 2105). La determinación se efectúa normalmente utilizando un potenciómetro o peachímetro debidamente estandarizado. La reacción alcalina puede deberse a la presencia de carbonatos y bicarbonatos alcalinos y alalinotérreos.

TABLA 4.1 CARACTERISTICAS FISICAS DEL AGUA POTABLE

Característica	Expresada en	Valor admisible	Valor deseable
pH		6.5-9,0	7,0 -8,5
Color verdadero	Unidades platino-cobalto (UPC)	15	5
Olor y Sabor		inobjetable	inobjetable
Turbiedad	Unidades nefelométricas	5	1
Sólidos totales	mg/dm^3	500	200

4.2.1.1.2 Color

El color del agua puede provenir de la presencia natural de iones metálicos como hierro y manganeso, material húmico o turboso, plancton, algas y residuos industriales. En general, el tratamiento al que se somete el agua natural para adecuarla como potable incluye procesos que remueven el color.

Se llama "color" propiamente dicho al color verdadero del agua a la cual se le ha removido la turbiedad y "color aparente" al que incluye el producido tanto por las materias en suspensión como el de las disueltas; este último se determina en la muestra original sin someterla a filtración ni a centrifugación.

El color se determina por comparación visual de la muestra con soluciones coloreadas de concentración conocida de ión cloroplatinato. Algunas veces se encuentran muestras contaminadas por ciertos residuos industriales que producen colores diferentes en tonalidad o matiz y que no pueden determinarse por este método. Sin embargo dichas aguas no son generalmente potables. La unidad para potabilidad es el color producido por 1 mg/dm^3 de platino en forma de ión cloroplatinato (K_2PtCl_6). El máximo valor admisible es de 15 UPC y el deseable de 5 UPC según el decreto 1983.

Se recomienda preparar la muestra removiendo la turbiedad por centrifugación pues la filtración puede adsorber color y los datos resultan falseados. Como el color del agua está directamente relacionado con su pH, es importante especificar a qué valor de esta variable se encuentra la muestra.

4.2.1.1.3 Olor y Sabor

Los gases disueltos en el agua suelen comunicarle olores que pueden percibirse tanto en frío como en caliente. Estos olores no deben suscitar rechazo al consumidor porque le recuerden sustancias pútridas o aromáticas de cualquier clase. Es decir, no debe producir ninguna objeción. El Standard Methods propone una prueba que denomina "número de umbral de olor" en la cual se diluye una muestra con cantidades medidas de agua sin olor, hasta que se alcance la última percepción utilizando el sentido del olfato como instrumento de medida. Es un método sensorial basado en un método de límites.

El olor y el sabor del agua se deben a los gases y sustancias aromáticas y salinas que pudiera haber disuelto en su historia inmediata. En general el aire disuelto no le confiere olor, pero si le da una

sensación de sabor fresco. Algunos autores dicen que las aguas tienen mal sabor, cuando llegan a pasar las sales disueltas los siguientes límites por dm^3: Cloruro de sodio 300-400 mg; sulfato de calcio 500 a 600 mg; sulfato de manganeso 500 mg a 1 g; cloruro de magnesio 60 a 100 mg; mezcla de sales 300 a 400 mg.

4.2.1.1.4 Gases Disueltos

La presencia de CO_2 tiene mucha importancia en las aguas naturales. Las muy ricas (aguas aciduladas) se utilizan por su sabor picante, agradable. El CO_2 se halla disuelto en el agua en tres formas: Como ácido carbónico combinado y como ácido carbónico libre que es el que se encuentra sin saturar; de este último, más de un 99 % se halla en estado de CO_2 y menos del 1 % en forma de ácido. A su vez, el ácido carbónico agresivo presente en aguas blandas, les comunica una notable acción disolvente; ataca muchos metales (Fe, Sn, Pb, Cu, etc.) y las obras de cemento o cal; favorece además el desarrollo de algas ferruginosas, las cuales obstruyen las tuberías.

El oxígeno se encuentra disuelto en las aguas superficiales hasta saturación. En las profundas puede faltar por procesos de reducción, por ejemplo cuando hay sales ferrosas. La presencia de oxígeno tiene gran importancia en las aguas agresivas, pues junto al anhídrido carbónico aumenta su poder de corrosión para algunos metales. Por otra parte es indispensable para la vida de los peces.

4.2.1.1.5 Turbiedad

La turbiedad se debe a la presencia de sustancias orgánicas e inorgánicas como ácidos húmicos, plancton y arcilla que por su tamaño coloidal permanecen suspendidas en el agua.

También la presencia de sustancias emulsionadas como residuos de pesticidas, detergentes y lípidos pueden contribuir a la turbiedad de la muestra. La turbiedad se determina generalmente por el método nefelométrico

El método nefelométrico se basa el la comparación de la luz dispersada por la muestra bajo condiciones definidas con la luz dispersada por una suspensión conocida de referencia, bajo las mismas condiciones. A mayor intensidad de luz dispersada es mayor la turbiedad.

Se usa como patrón de referencia un polímero de formacina, el cual es fácil de preparar y más reproducible que los antiguos patrones

de arcilla. La determinación de turbiedad se aplica a cualquier muestra de agua libre de residuos gruesos que puedan sedimentarse rápidamente. La presencia de suciedad en el material, burbujas de aire y vibraciones pueden producir falsos resultados. Si el agua presenta algún "color verdadero" debido a sustancias disueltas disminuirá el valor de la turbiedad. En el caso de aguas tratadas prácticamente no existe esta interferencia.

Los sólidos disueltos más los sólidos en suspensión contribuyen a la concentración total de sólidos cuyo contenido, como lo prescribe el Decreto correspondiente, no debe exceder de 500 mg/dm³.

4.2.1.1.7 Sólidos Totales o Residuo Seco a 100-105 °C

Corresponde a la totalidad de sustancias disueltas contenidas en el agua. Para el agua potable su valor no debe exceder los 500 mg/dm³ (decreto 2105/83).

4.2.1.1.8 Residuo Calcinado al Rojo Oscuro

Es el residuo inorgánico que queda después de calcinar el residuo seco. Las pérdidas corresponden a la materia orgánica y eventualmente a otras sustancias que se volatilizan por la acción del calor.

4.2.1.1.9 Materia Orgánica Disuelta

La materia orgánica que contiene las aguas se encuentran generalmente en mínima cantidad y por la imposibilidad de identificarlas y valorarlas aisladamente o en conjunto, se acordó expresarlas en términos de la cantidad de oxígeno correspondiente al permanganato de potasio que necesitan para su oxidación en determinadas condiciones. Otros investigadores propusieron expresar los resultados en "Materia orgánica', multiplicando el volumen de permanganato consumido en la oxidación de la misma, por un factor convencional. Posteriormente se acordó expresar los resultados en miligramos de permanganato de potasio. En la literatura moderna vuelve a aparecer la materia orgánica expresada en oxígeno consumido, lo cual representa la demanda química de oxígeno (DQO) de un agua en determinadas condiciones. La presencia de nitritos, hierro y sulfuro de hidrógeno, aumenta considerablemente esta cifra y es, por consiguiente, causa de error. Las aguas de terrenos turbosos contienen cantidades relativamente altas de materia orgánica, debido a la presencia de ácido húmico; en este tipo de aguas el límite de tolerancia es, por lo tanto, más amplio.

4.2.1.2 Normas de Calidad Química

En la Tabla 4.2 se consignan los valores máximos de concentración en mg/dm³ de aniones y cationes que se consideran seguros para la salud humana. Contenidos mayores de estas sustancias pueden causar efectos adversos directa o indirectamente, por lo cual es necesario hacer los tratamientos correspondientes para eliminar o, por lo menos disminuir su concentración.

TABLA 4.2 CONCENTRACIONES MAXIMAS PERMITIDAS DE ANIONES, CATIONES Y OTRAS SUSTANCIAS EN EL AGUA POTABLE

	Expresado como	mg/dm³ [2]
Arsénico	As	0,05
Bario	Ba	1,0
Cadmio	Cd	0,005
Cinc	Zn	10,0
Cobre	Cu	1,0
Cromo	Cr^{+6}	0,05
Hierro total	Fe	0,3
Magnesio	Mg o $CaCO_3$	36
Manganeso	Mn	0,1
Mercurio	Hg	0,001
Plata	Ag	0,05
Plomo	Pb	0,05
Selenio	Se	0,01
Cianuros	CN^-	0,1
Cloruros	Cl^-	250
Cloro residual libre	Cl	0,1 - 1,0
Fenoles	Fenol	0,001
Nitritos	NO_2^-	0,1
Nitratos	NO_3^-	45
Tensoactivos	Sustancias activas al azul de metileno. ABS, ALS.	0,5
Grasas y aceites	Sustancias solubles en n-hexano	no detectables
Plaguicidas		no detectables

La Tabla 4.3 resume los criterios de calidad química fijados por el Ministerio de Salud en el decreto que se ha venido mencionando

TABLA 4.3 CRITERIOS DE CALIDAD QUIMICA PARA AGUA POTABLE

Característica	Expresado como mg/dm³	Valor admisible
Cloruros	Cl^-	250
Dureza total	$CaCo_3$	30 - 150
Hierro total	Fe	0,3
Magnesio	Mg o $CaCO_3$	36
Manganeso	Mn	0,1
Sulfatos	$SO_4^=$	250
Cinc	Zn	10
Cloro residual	Cl	0,1 - 1,0

En general se dispone que en todo sistema de suministro de agua deberán practicarse como mínimo los siguientes análisis fisicoquímicos: pH, color, turbiedad, alcalinidad, cloruros, sulfatos, hierro total, dureza total y residuos del desinfectante utilizado.

A continuación se habla en detalle sobre algunos de estos parámetros.

4.2.1.2.1 Conductancia Específica

Esta determinación proporciona una medida de la capacidad que tiene el agua de conducir una corriente eléctrica, propiedad que está directamente relacionada con el contenido de sustancias ionizadas presentes a una temperatura dada. Esta propiedad se ve afectada por la naturaleza de las sustancias disueltas, su concentración relativa y su fuerza iónica. La unidad estándar de la conductancia específica es el micromhos/cm a 25°C y su medida implica el uso de dos celdas de 1 cm^2 separadas por una distancia de 1 cm.

En general son buenos conductores de la electricidad la mayoría de los ácidos y bases inorgánicos y sus sales, consideradas generalmente como electrolitos fuertes, en cambio son electrolitos débiles, es decir pobres conductores, los compuestos de carácter orgánico como por ejemplo el ácido acético y sus sales.

El agua recién destilada presenta valores entre 0,5 y 2 micromhos/cm, valor que se incrementa durante el almacenamiento por absorción de CO_2 o de amoniaco atmosférico. Esta determinación es muy útil para controlar la pureza de un agua y en el caso específico del agua potable da una idea de la cantidad de sustancias disueltas, orientando sobre el volumen que se debe tomar como parte alícuota en las diferentes determinaciones de los análisis. Como control se pueden establecer factores de correlación entre la medida de la conductancia específica y la concentración y naturaleza de las especies iónicas presentes en una fuente dada a 25 °C.

4.2.1.2.2 Iones en Solución

Los metales pesados como el plomo, el mercurio, el cobre, coexisten dentro de un ciclo natural en el medio ambiente pasando de la roca al suelo y de este a los organismos vivientes que los conducen al agua donde sedimentan y regresan a las rocas para completar el ciclo. En el agua natural se encuentran estos elementos en muy pequeñas concentraciones. Con la era industrial el hombre ha amplificado la concentración de estos metales en el medio ambiente y aun cuando siguiendo el ciclo propuesto estas sustancias regresarán a la roca, se necesitarán muchos años para que esto suceda y entre tanto el hombre sufrirá sus consecuencias, pues la mayoría de los metales son tóxicos aún en pequeñas cantidades.

4.2.1.2.2.1 Mercurio y Plomo

Los compuestos de mercurio y plomo son mucho más tóxicos que los compuestos de hierro, variando la toxicidad según la forma química presente. Por ejemplo la presencia de un kilo de mercurio metálico en la atmósfera no es tan tóxica como unos pocos miligramos de cloruro de metil mercurio, los cuales pueden causar la muerte. El mercurio en todas sus formas químicas es tóxico si es absorbido por el organismo, pues el organismo tiene una fuerte inclinación a metabolizarlo formando dimetil mercurio (CH_3-Hg-CH_3) y metil mercurio (CH_3-Hg^+). Esta sustancia se va acumulando en el cuerpo, pasa a través de la barrera protectora del cerebro afectándolo, produciendo desórdenes neurológicos. También puede atravesar la barrera placentaria afectando los fetos en tal forma que nacerán niños deformes. La determinación por el método de absorción atómica está descrita en detalle en la Norma ICONTEC No. 1459.

El envenenamiento con plomo se conoce desde hace varios siglos y a pesar de esto se sigue usando este metal para numerosas aplicaciones en nuestra vida diaria. Hasta hace muy poco tiempo los tubos de conducción de agua y algunas griferías eran de plomo. Aún hoy se conocen ollas, manijas, vasos de cristal,cubiertos, pinturas y pesticidas con base en el plomo.

Los síntomas de un ligero envenenamiento son anemia acompañada de malestar muscular, fatiga, inestabilidad y dolor de cabeza. La presencia del plomo en el organismo es acumulativa y peligrosa a la larga.

La historia de la toxicidad de otros metales como bario, cadmio, cinc y cromo es semejante a la de mercurio y plomo; por esa razón es necesario controlar los niveles presentes en el agua potable, vehículo directo de ingestión por el organismo humano. La ingestión prolongada de plomo, mercurio, cadmio, así como de arsénico, selenio, teluro y fósforo, pueden producir serias alteraciones en el hígado.

4.2.1.2.2.2 Hierro y Manganeso

El hierro se encuentra normalmente en el agua en forma de carbonato ferroso; en presencia del aire se oxida y precipita, de tal manera que en aguas suficientemente aireadas puede llegar a desaparecer de estas; en cambio, en las poco aireadas les comunica un sabor metálico especial. Cantidades mayores de 0,2 mg/dm^3 de agua favorecen el desarrollo de algas llamadas ferruginosas que pueden obturar las conducciones. El hierro es inconveniente en aguas que se utilizan en diversas industrias como la lechera, cuyos productos (queso, mantequilla) adquieren sabor metálico y se producen manchas en los mismos.

El manganeso se encuentra también en aguas potables, casi siempre unido al hierro y lo mismo que este, favorece el desarrollo de algas manganosas que producen los mismos efectos que las ferruginosas.

4.2.1.2.2.3 Cromo Hexavalente

Debido a que el ión Cr^{+6} se considera de alto potencial carcinogénico, es muy importante controlar su presencia en el agua potable. La concentración debe ser lo más baja posible.

El cromo presente en el agua potable proviene seguramente de contaminación industrial ya que su uso está muy extendido en aguas de enfriamiento para control de corrosión y además se usa ampliamente en numerosos procesos industriales como el de curtición. La norma ICONTEC No. 1162 describe un método colorimétrico utilizando la reacción de este ión con la s-difenilcarbazida.

4.2.1.2.2.4 Otros Metales

Otros metales tales como el cobre, el hierro, el manganeso y el cinc pueden determinarse según el Standard Methods (1985) por

espectroscopia de absorción atómica, en concentraciones iguales y aún menores que las que exigen las normas para el agua potable. En este caso la muestra puede llevarse directamente al equipo sin tratamiento previo. El cromo, el manganeso y la plata pueden determinarse en forma similar aun cuando la exactitud y precisión del método no es tan bueno. El plomo y el cadmio no se determinan comúnmente por este método; para su determinación se prefieren métodos colorimétricos por formación de complejos; sin embargo algunos autores usan este mismo procedimiento como preparación de muestra y efectúan la lectura final en el equipo de absorción atómica.

Para determinar aluminio, bario y berilio por absorción atómica, es necesario utilizar la llama más caliente, producida por la combustión de óxido nitroso - acetileno, en este caso el bario se puede determinar en el agua directamente y los otros dos requieren previo tratamiento a la lectura.

4.2.1.2.2.5 Arsénico y Selenio

El selenio tiene efectos tóxicos, comparables a los del arsénico, para el hombre y para los animales, dando síntomas semejantes. También se sospecha que este elemento puede ser causante de caries dental y algunos autores lo catalogan como carcinogénico. Su presencia en el agua generalmente se atribuye a que la fuente pasa por terrenos ricos en compuestos seleniosos o por contaminación industrial. Su determinación colorimétrica está descrita en detalle en la misma norma ICONTEC 1460.

El arsénico puede producir envenenamiento por ingestión de cantidades del orden de 100 mg y sus efectos tóxicos pueden aparecer por acumulación en el organismo de niveles aún más bajos; generalmente este elemento o sus iones aparecen en el agua por disolución mineral, contaminación industrial o por aplicación de insecticidas en regiones cercanas a la fuente de agua. En la actualidad se están estudiando los posibles efectos carcinogénicos del arsénico.

Se usa para su determinación el método clásico de Gutzeit en el cual el arsénico se mineraliza y reduce a arsina AsH_3 por la acción del hidrógeno naciente. La arsina reacciona con bromuro mercúrico para dar una mancha amarilla la cual se registra en una columna de papel sensibilizado. La longitud de la columna es proporcional a la concentración de arsénico en la columna. Se puede detectar hasta 1 g de arsénico. El antimonio interfiere si está en concentraciones superiores a 0,10 mg, pues forman una mancha similar.

4.2.1.2.2.6 Fosfatos

En el proceso de acondicionamiento del agua para uso doméstico o industrial, se añaden frecuentemente orto o polifosfatos; en este caso la determinación de fósforo se usa como procedimiento de control. Sin embargo, no es práctica común la determinación de fosfatos en agua potable. Cuando se encuentran en altas concentraciones puede atribuirse la presencia a contaminación por residuos industriales.

4.2.1.2.2.7 Sulfatos

La presencia de sulfatos puede deberse a terrenos cargados de yeso; estas aguas, llamadas selenitosas, tienen el inconveniente de producir incrustaciones en las tuberías. Los sulfatos pueden provenir también de la oxidación de los sulfuros naturales. Un agua con cantidades altas de sulfatos alcalinos o de magnesio, tiene sabor amargo y efecto purgante.

4.2.1.2.2.8 Nitritos, Nitratos, Amoníaco

La presencia de nitrógeno combinado en las aguas potables, indica una posible contaminación por sustancias orgánicas en descomposición. Por desdoblamiento, las sustancias orgánicas animales y vegetales presentes, se mineralizan lentamente, pasando el nitrógeno a combinaciones amoniacales que por oxidación se transforman en nitritos y luego en nitratos. En algunos casos los nitratos provienen del terreno y esto, unido a su mayor grado de oxidación permite que se tolere su presencia dentro de determinados límites. Sinenbargo en mayor concentración contribuye a la enfermedad conocida como metahemoglobinemia en los niños. Por eso en agua potable no debe haber concentraciones superiores a 10 mg dm^{-3} de nitratos expresados como N. (SM 416/85)

4.2.1.2.2.9 Cianuros

Se consideran en este grupo el HCN y todos los cianuros alcalinos y metálicos que pudieran estar presentes en el agua por contaminación. Estos pueden estar en forma de simples cianuros o formando complejos de gran variedad de fórmulas con el hierro, cadmio, cobre, níquel, plata, cinc y otros metales.

Según la especie presente los cianuros muestran distinta actividad química, lo que da como resultado que su descomposición puede ser lenta o rápida. En general el ión cianuro es muy tóxico y en solución

ácida se convierte en HCN, aún más tóxico, por lo que las muestras deben manipularse en cabinas extractoras y con las máximas precauciones.

La presencia de ión cianuro en el agua tiene efectos biológicos, causando la muerte a los pescadores e inhibiendo el crecimiento de microorganismos responsables de la auto purificación del agua. Su determinación está descrita en detalle en la norma ICONTEC No. 1312.

4.2.1.2.2.10 Cloruros

La cantidad de cloro que contiene un agua es de mucha importancia, ya que cantidades menores de 30 mg por dm^3, expresados en cloruro de sodio, hacen que tenga un sabor insípido y cantidades mayores de 200 mg no permiten que calme la sed. Además, cantidades altas generalmente son un indicio de contaminación.

4.2.1.2.2.11 Cloro Residual

El tratamiento del agua natural para suministrarla como agua potable, incluye el proceso de cloración que cumple el objetivo de destruir microorganismos. Sin embargo, el cloro puede reaccionar con amoníaco, o con otras sustancias como sulfuros, iones de hierro y manganeso o proteínas disueltas en el agua.

Con algunas sustancias puede producir mal sabor, como en el caso de los fenoles y en otros casos puede comunicar frescura, mejorando la calidad del agua.

El cloro en el agua puede presentarse en forma de cloro libre como ácido hipocloroso (HOCl), como ión hipoclorito (OCl^-) o como cloro combinado, por ejemplo en forma de cloraminas u otros derivados. Estas dos formas coexisten generalmente en el agua.

El método propuesto por Palin determina el cloro libre y combinado en agua usando el indicador de dietil p-fenilén diamina DPD. En ausencia del ión yoduro el cloro libre reacciona instantáneamente con el indicador para producir coloración roja que se destruye cuantitativamente por efecto del sulfato ferroso amónico. Subsiguiente adición de yoduro actúa como catalizador para que la monocloro amina produzca color. La adición de un exceso de yoduro produce una respuesta rápida de la dicloroamina y si existe tricloroamina parte se incluye como dicloroamina y parte como cloro libre. La quinta parte de la concentración total de dióxido de cloro aparce también como cloro libre.

Cuando no se requiere una completa diferenciación de las especies de cloro el procedimiento puede simplificarse para dar solamente el cloro libre total y combinado.

4.2.1.2.3 Aceites y Grasas

Estas sustancias pueden estar presentes emulsificadas en el agua y pueden provenir de residuos industriales, de descomposición de plancton u otras formas de microorganismos de vida acuática. La mayoría de estas sustancias son insolubles en agua pero si se encuentran emulsionadas se debe a la acción de detergentes o álcalis. Se determinan usando la propiedad que tienen de ser adsorbidas por tierra diatomácea de la cual se extraen solubilizandolas en n-hexano o éter de petróleo.

4.2.1.2.4 Fenoles

En el agua pueden encontrase estos compuestos, provenientes de contaminación por desechos de refinerías de petróleo, plantas de coquización y algunas otras industrias químicas. Por pruebas de catación de olor y sabor se pueden detectar hasta concentraciones de 100 a 10 g/dm^3. Inclusive hasta concentraciones tan pequeñas como 1 g/dm^3 pueden producir sabor desagradable en aguas que no han tenido buen tratamiento de cloración. Para remover el sabor de estos compuestos es necesario someter el agua a procesos de supercloración, ozonación y adsorción por carbón activado.

La composición porcentual de los diferentes fenoles que pueden estar presentes en una muestra de agua, es impredecible y por esta razón el patrón de referencia no es una mezcla sino el fenol (C_6H_5OH) como tal y el resultado se da en términos de este compuesto.

4.2.1.2.5 Sustancias Activas al Azul de Metileno

El uso tan extendido de detergentes domésticos elaborados con agentes tensoactivos como el sulfonato de alquil bencil y otros tensoactivos aniónicos, ha llegado a contaminar las fuentes de agua que luego se tratan para uso humano y por esto es necesario detectar su presencia. Para ello se aprovecha la formación de una sal coloreada de azul, cuando estos compuestos reaccionan con el azul de metileno y por eso esta determinación se denomina "sustancias activas al azul de metileno". La sal es soluble en cloroformo y la intensidad del color es proporcional a la concentración, lo que ha permitido el desarrollo de un método colorimétrico para su cuantificación, aplicable en el intervalo de 0,025 a 100 mg/dm^3 de sustancia activa.

El método tiene interferencias de orden orgánico e inorgánico. Entre los orgánicos se pueden citar los sulfatos orgánicos, fosfatos y fenoles, sulfonatos y carboxilatos que forman complejos con el azul de metileno y los principales interferentes inorgánicos son aquellos que pueden formar pares iónicos con el indicador como son los cianatos, tiocianatos, cloruros y nitratos. También algunas aminas y otras sustancias orgánicas compiten en la reacción con el azul de metileno, causando resultados bajos. Sin embargo los errores por aumento son más comunes que por defecto, en la aplicación de este método el cual es útil en el examen de agua potable debido a que en esta muestra las concentraciones de sustancia interferentes son generalmente muy bajas y su efecto es casi despreciable.

4.2.1.2.6 Dureza

Esta es debida principalmente a las sales de calcio y magnesio disueltas en el agua. Los bicarbonatos de estos elementos constituyen la dureza temporal, llamada también dureza carbonácea. Los cloruros y sulfatos alcalino-térreos constituyen la dureza permanente o dureza de los no carbonatos y el conjunto constituye la dureza total.

Las aguas duras no son apropiadas para usos domésticos ni para el lavado de ropa por formar con el jabón combinaciones insolubles (jabones de calcio y magnesio). Las aguas duras producen incrustaciones en las tuberías, las cuales pueden ser tan gruesas que las obturen completamente, con el peligro consiguiente si se llegan a utilizar en la alimentación de calderas de vapor.

De acuerdo con la dureza total, se pueden clasificar las aguas en la siguiente forma:

TABLA 4.4. CLASIFICACION DE LAS AGUAS SEGUN SU DUREZA

Grados Alemanes mg de CaO/litro	Partes por millón ppm en CaO	Dureza Total
0 - 4	0 - 70	muy blandas
4 - 8	70 - 140	blandas
8 - 18	140 - 300	semiduras
18 - 30	300 - 500	duras
> 30	> 500	muy duras

1 Grado Francés equivale a 10 mg de $CaCO_3$ por litro de agua.
1 Grado Alemán equivale a 10 mg de CaO por litro de agua
1 Grado Inglés equivale a 14,3 mg de CaO por litro de agua.

4.2.1.2.7 Alcalinidad

Esta es debida a la presencia de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos en el agua.

Generalmente se informan la alcalinidad total y la alcalinidad debida solo a bicarbonatos, los cuales se cuantifican por titulación con un ácido, determinando los puntos de equivalencia del bicarbonato y del ácido carbónico sucesivamente, indicados electrométricamente o con indicador de color. En presencia de fenolftaleína se titulan todos los OH y la mitad de los iones CO_3 y en presencia de indicadores que viren en el intervalo de pH de 4 a 5, como el metil naranja, se puede determinar la alcalinidad total debida a todas estas especies iónicas incluyendo el HCO_3^-.

Estas titulaciones pueden afectarse por la presencia de cloro residual libre, el cual influye en la respuesta a los indicadores. Esta interferencia se puede evitar añadiendo unas gotas de solución de tiosulfato o irradiando la muestra con una fuente de rayos ultravioleta.

4.2.1.2.8 Fluor

Debido a sus características químicas la legislación colombiana prevee el contenido de fluor deseable en las aguas potables, por su acción protectora de la dentadura. En el Artículo 17 del Decreto mencionado, se dispone que el ión floruro F^- deberá controlarse en función de la temperatura promedio del ambiente por considerar que la ingestión de agua es mayor en regiones cálidas y tampoco es conveniente ingerirlo en exceso.

TABLA 4.5 CONCENTRACIONES DE FLUOR ADMISIBLES EN AGUA POTABLE

Temperatura promedio del ambiente °C	Valor admisible mg/dm³	Valor deseable mg/dm³
10 - 12,0	1,7	1,2
12,1 - 14,5	1,5	1,1
14,6 - 17,5	1,3	1,0
17,6 - 21,0	1,2	0,9
21,1 - 26,0	1,0	0,8
26,1 - 32,0	0,8	0,7

La determinación de fluor está descrita en detalle en la norma ICONTEC No. 1026.

4.2.1.2.9 Residuos de Plaguicidas

Con relación a los residuos de plaguicidas, el Decreto prescribe algunos valores admisibles muy bajos, pero da como límite máximo permisible una concentración de 0,1 mg/dm³ para la suma total de los residuos existentes.

4.2.1.2.10 Análisis Bacteriológico

Aun cuando en este manual no se trabajará este concepto, es necesario consignar aquí que desde el punto de vista bacteriológico hay que tener en cuenta el número y las distintas especies de bacterias que pueden existir en un agua; su origen guarda relación con la materia orgánica que les sirve de principal sostén y su cantidad depende de la composición química del agua, de la temperatura y del tipo de suelo que atraviesa. Cada agua tiene, pues, una flora microbiana característica.

Para que un agua se considere bacteriológicamente como potable, debe cumplir con los siguientes límites de tolerancia:

Número de colonias desarrolladas en agar nutritivo a 37 °C, a las 24 horas	1000 por cm³
Número de bacterias coliformes (título colibacilar presuntivo)	2 en 100 cm³
Bacterias Anaerobias	ausencia total
Bacterias potencialmente patógenas	ausencia total

De acuerdo con lo anterior, para poder dictaminar si un agua es potable, es indispensable efectuar sobre ella el análisis físico-químico y examen bacteriológico.

El Decreto adopta para el análisis bacteriológico, los métodos de tubos múltiples de fermentación y del filtro de membrana y como complementario, el método de recuento total en placa. Además describe en detalle las normas que deben seguirse para el análisis y la interpretación de resultados.

4.3 GUIA PARA EL LABORATORIO

Métodos usados comunmente el los laboratorios de química de la Universidad Nacional de Colombia. Algunos son tomados del manual "Standard Methods for the Examination of Water an Wastewater" y se designan en el texto como S.M. y la identificación clave correspondiente según el año de publicación.

4.3.1 Toma de Muestras

Para el análisis químico deben utilizarse recipientes de vidrio neutro o mejor de plástico de 2 a 2,5 dm^3 de capacidad, los cuales, una vez bien lavados con ayuda de detergentes, deben enjuagarse varias veces con la misma agua de la cual se va a tomar la muestra para el análisis. Si el agua es de rio, de aljibe o de un lago, el frasco vacío debe taparse de tal manera que al introducirlo en el agua y sumergirlo a una profundidad de unos 20 a 30 centímetros por debajo de la superficie, pueda destaparse, dejándolo llenar completamente para que no quede aire en el recipiente. Para el examen bacterológico deben usarse frascos estériles de unos 50 a 100 cm^3 de capacidad y tomarse las muestras con todas las precauciones del caso para evitar una contaminación accidental.

Las muestras deben analizarse lo más pronto posible para evitar variaciones en su composición, especialmente aumento de materia orgánica proveniente del crecimiento de esporas de hongos, etc.

4.3.2 Análisis Organoléptico

Determinar por observación directa las siguientes constantes: Color, olor, sabor, residuo por reposo y aspecto del residuo.

4.3.2.1 Número de Umbral de Olor

Método S.M. 207 adaptado

Aparatos

-Usar material de vidrio lavado con jabón sin olor y solución limpiadora ácida y enjuagar con agua sin olor.

-Baño de agua termostatado

-Agua libre de olores, destilada, desionizada y filtrada a través de carbón activado.

-Erlenmeyer de 500 cc^3 con tapón de vidrio

-Panel de catadores. Para trabajos muy precisos el panel debe constar de por lo menos cinco personas debidamente entrenadas.

-Medida del Umbral.

El número de umbral de olor llamado T.O.N. por sus iniciales en inglés (threshold olor number) es la mayor dilución de la muestra con agua libre de olor, que permite percibir un olor definido.

Procedimiento

Llevar la muestra con el agua libre de olor siempre a un volumen de 200 cc^3 en cada prueba. Usar un erlenmeyer que contenga solo agua libre de olor como referencia para comparación. Calentar las diluciones y la referencia a la temperatura de 60 °C o a 40 °C si se considera más conveniente. Agitar el recipiente que contiene el agua libre de olor, remover el tapón y aspirar los vapores. Probar la muestra en la misma forma. Se detecta cualquier olor en esta dilución, preparar muestras más diluidas. La Tabla 4.6 indica los números de umbral de olor correspondientes a varias diluciones, computados según la fórmula

$$T.O.N. = \frac{A + B}{A}$$

Donde A = cm^3 de la muestra problema

B =cm^3 del agua libre de olor necesaria para completar 200 cm^3

TABLA 4.6. NUMEROS DE UMBRAL DE OLOR CORRESPONDIENTES A VARIAS DILUCIONES

Volumen de muestra cm^3	Número	Volumen de muestra cm^3	Número
200	1	12	17
140	1,4	8,3	24
100	2	5,7	35
70	3	4	50
50	4	2,8	70
35	6	2	100
25	8	1,4	140
17	12	1	200

La prueba puede iniciarse tomando alicuotas de la muestra de 200, 50, 12 y 2,8 cm^3 y diluyendo hasta 200 cm^3. Este ensayo preliminar permite seleccionar rangos de concentración adecuados

para pruebas subsiguientes que cubran los límites de sensibilidad de todos los catadores. En caso de una muestra con mucho olor se podrá diluir a otro volumen conocido y tomar alícuotas para la prueba y en los cálculos se tomará en cuenta esta dilución.

El método de evaluación sensorial y el análisis estadístico de los resultados pueden ajustarse según los requerimientos del estudio o de la planta de alimentos donde se efectué. Se recomienda consultar los procedimientos básicos generales consignados por G. Mahecha en su obra "Evaluación sensorial en el control de calidad de alimentos procesados".

4.3.2.2 Color

Método del cloroplatinato por comparación visual. Adaptado del S. M. 204 A/85

Aparato:

Tubos de Nessler de 50 cm^3 de forma alta.

Reactivos:

Solución patrón de cloroplatinato: Disolver 1,2460 gramos de cloroplatinato de potasio K_2PtCl_6 y 1 gramo de cloruro de cobalto cristalizado $CoCl_2$ $6H_2O$ en agua destilada con 100 cm^3 de HCl concentrado y diluir a 1 dm^3 con agua destilada. El color de esta solución patrón corresponde a 500 unidades de platino cobalto U.P.C.

Soluciones de trabajo

Diluir en tubos de Nessler alícuotas de 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4; 4,5; 5; 6 y 7 cm^3 de la solución patrón a 50 cm^3 con agua destilada. Estos patrones corresponden a 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60 y 70 unidades UPC y pueden protegerse de la evaporación y contaminación sellando los tubos convenientemente.

Procedimiento

Llenar con la muestra un tubo de Nessler hasta la marca de 50 cm^3 y observar por comparación con los patrones, mirando verticalmente la columna. Si se ve turbiedad se debe informar como "color aparente". Si el color excede a las 70 unidades, diluir convenientemente para poder leer contra los patrones y multiplicar el resultado por el factor de dilución.

Si se quiere conocer el color verdadero en una muestra que presenta turbiedad, debe centrifugarse hasta obtener agua clara y repetir la lectura con esta.

Puesto que el color está relacionado con el pH determinar potenciométricamente esta variable en cada muestra e informar color en unidades de platino cobalto al pH determinado.

4.3.2.3 Turbiedad

Método nefelométrico adaptado del S.M. 214 A/85.

Reactivos

Agua libre de turbiedad: Pasar agua destilada a través de un filtro de membrana* que tenga poros no mayores de 0,2 µm, descartando los primeros 200 cm^3. Esta agua presenta menos turbiedad que el agua destilada.

Suspensión patrón de turbiedad:

Solución I. Disolver 1,0000 gramos de sulfato de hidrazina $(NH_4)_2H_2SO_4$ en agua destilada y diluir exactamente a 100 cm^3 en matraz volumétrico.

Solución II. Disolver 10,00 gramos de hexametilentetraamina $(CH_2)_6N_4$ en agua destilada y diluir a 100 cm^3 en matraz volumétrico.

Suspensión de trabajo:

En un matraz volumétrico mezclar 5,0 cm^3 de la solución I con 5 cm^3 de la solución II. Dejar en reposo a temperatura de 25 ± 3 °C durante 24 horas, entonces diluir a la marca y mezclar. La turbiedad de esta solución es de 400 unidades. Esta mezcla solo permanece estable por un mes, al igual que las soluciones I y II.

Suspensión patrón de turbiedad:

Diluir 10 cm^3 de la suspensión de trabajo con agua libre de turbiedad. Preparar semanalmente. La turbiedad de esta suspensión corresponde a 40 unidades nefelométricas.

Patrones diluidos de turbiedad

Cuando se requiera se pueden preparar soluciones patrón más diluidas tomando porciones adecuadas de la solución patrón anterior, para preparar curvas de calibración del aparato.

* Distribuidos por Nuclear Corporation, 7035 Comerce Circle Pleasanton Calif. o equivalente.

Procedimiento

Agitar la muestra cuidadosamente para dispersar los sólidos. Esperar hasta que desaparezcan las burbujas de aire y entonces verter en el tubo del turbidimetro. Leer la turbiedad directamente sobre la escala del instrumento o convertir la lectura sobre la curva de calibración construida a propósito.

4.3.3 Análisis Químico

Preparación de la muestra:

Se agita cuidadosamente el frasco y se filtra sobre papel seco, recibiendo en un erlenmeyer seco, aproximadamente 400 cm^3 de agua.

4.3.3.1 Sólidos Disueltos Totales . Método conductimétrico S.M. 205/85

Método conductimétrico. Leer con un conductimetro apropiado la conductividad de la muestra a 25 ± 1°C y expresar en mg/dm^3.

Si la lectura de conductimetro es en Siemens cm^{-1} calcular los sólidos disueltos asi

SDT mg dm^{-3} = Siemens cm^{-1} x 0,7

4.3.3.2 Sólidos Totales

Tomar una alícuota de 100 cm^3 de agua original (sin filtrar) previamente agitada, en una cápsula de porcelana previamente calcinada a 500 °C y pesada. Evaporar el agua sobre baño maría; terminada la evaporación se lleva a la estufa a 100 °C hasta peso constante. Expresar los resultados en mg dm^{-3}.

4.3.3.3 Sólidos Totales Fijos

El residuo anterior en la cápsula se lleva cuidadosamente a la mufla al rojo cereza (500 °C) hasta peso constante. Se deja enfriar, se humedece con unas gotas de agua destilada, se lleva a la estufa como antes y se pesa. La diferencia de pesadas con el residuo seco dará el residuo calcinado o residuo fijo. Calcular en mg dm^{-3}

4.3.3.4 Sólidos Totales Volátiles

La diferencia entre los Sólidos Totales y los Sólidos Totales Fijos dará los Sólidos Totales Volátiles.

4.3.3.5 Materia Orgánica Disuelta

Reactivos

Solución de permanganato de potasio 0,01 N: Preparar por dilución a partir de una solución 0,1 N.

Solución de ácido oxálico 0,01 N

Preparación de la solución de permanganato de potasio 0,1 N: Pesar 3,161 gramos de $KMnO_4$ y disolver en aproximadamente 200 cm^3 de agua destilada recientemente hervida y fria. Filtrar esta solución a través de lana de vidrio. Diluir el filtrado hasta 1 dm^3. Esta solución debe mantenerse en un frasco oscuro protegido de la luz.

Preparación de la solución de ácido oxálico 0,01 N: Pesar 0,6302 gramos de $H_2C_2O_4\ 2H_2O$, disolver en agua y diluir a un volumen exacto de 1 dm^3 y mantener en frasco oscuro lejos de la luz. Titular contra una solución de NaOH 0,01 N en presencia de fenolftaleina.

Titulación de la solución de permanganato de potasio:

Tomar una alícuota de 50 cm^3 de la solución de ácido oxálico y añadir 50 cm^3 de agua destilada y 5 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado. Calentar hasta ebullición y titular en caliente con la solución de permanganato de potasio hasta que se forme un color rosado permanente por lo menos un minuto. Calcular la concentración de la solución de permanganato a partir de la solución de ácido oxálico recordando que $V_1xN_1 = V_2xN_2$

Procedimiento

Medir con una pipeta 50 cm^3 de la muestra y pasarla a un erlenmeyer de 500 cm^3. Agregar 5 cm^3 de ácido sulfúrico 1:3 y un exceso medido, por ejemplo 20 cm^3 de solución 0,01 N de $KMnO_4$ y hervir por 5 minutos. Dejar que baje la temperatura a unos 70 °C y añadir un exceso medido de solución 0,01 N de ácido oxálico hasta decoloración completa de la muestra. Titular el exceso de ácido oxálico con permanganato 0,01 N. Efectuar un ensayo en blanco en las mismas condiciones, reemplazando la muestra por agua destilada y calcular, por diferencia, entre las dos titulaciones finales, el volumen de permanganato consumido en la oxidación de la materia orgánica. Expresar los resultados en peso de permanganato de potasio.

4.3.3.7 pH

Se determina potenciométricamente sobre la muestra filtrada previamente. El instrumento debe calibrarse con una solución amortiguadora de pH conocido. Según la "Agenda del Químico", para preparar estas soluciones amortiguadoras se puede partir de soluciones 0,1N de NaOH y 0,1 N de $K_2H_2PO_4$ mezcladas así:

TABLA 4.7 PREPARACION DE SOLUCIONES AMORTIGUADORAS

pH deseado	V NaOH 0,1 N (cm^3)	V KH_2PO_4 0,1 N (cm^3)	Diluir hasta 100 cm^3
6.2	8,6	50	"
6,6	17,8	50	"
7,0	29,63	50	"
7,2	35,0	50	"
7,4	39,5	50	"

4.3.3.8 Acidez o Alcalinidad

Reactivos

NaOH 0,02 N: Diluir 0,08 g de NaOH en 1 dm^3 de agua o preparar a partir de una solución más concentrada y estandarizar con biftalato de potasio.

HCl 0,02 N: Solución que contenga 0,730 g de HCl en 1 dm^3. Estandarizar con bicarbonato de sodio o contra la solución valorada de NaOH.

Fenolftaleína: 0,5 gramos en 50 mg de alcohol etílico del 96 % y adicionar 50 cm^3 de agua destilada.

Metil naranja: disolver 1.0 g de indicador en agua destilada y diluir a 100 cm^3.

Procedimiento

Si el pH es menor de 4,4 se valoran los ácidos presentes con la solución de NaOH; en presencia de metilnaranja se valora la acidez mineral y en presencia de fenolftaleína la acidez total. Si el pH es

superior a 4,4 pero inferior a 6,9 se determina la acidez debida al CO_2 titulando con HCl en presencia de metil naranja.

Si la muestra es básica titular con HCl primero en presencia de fenolftaleína y a continuación con metil naranja.

Calcular en mg dm^{-3} del ión correspondiente y simultáneamente expresarlos como mg dm^{-3} de $CaCO_3$.

4.3.3.8.1 Alcalinidad

Procedimiento

Método de Gigli. A 100 cm^3 de agua agregar 2 gotas de solución acuosa de anaranjado de metilo al 1 % y valorar con ácido clorhídrico 0,02 N. Expresar el resultado en $CaCO_3$ (alcalinidad total).

Hervir a reflujo otros 100 cm^3 del agua durante 12 minutos, filtrar, lavar varias veces el filtro con agua destilada libre de CO_2 y valorar el filtrado como ya se indicó.

Hacer una prueba en blanco, reemplazando la muestra por agua destilada para corregir la alcalinidad debida al vidrio. Expresar los resultados en $CaCO_3$ (Alcalinidad permanente).

Por diferencia determinar la alcalinidad temporal. Expresar los resultados por dm^3 de agua.

4.3.3.9 Dureza. SM 314 B/85

Método complexométrico

Reactivos

Solución 0,02 M de EDTA. Disolver 3,723 gramos de $Na_2H_2Y_2$ H_2O libre de humedad, en agua destilada y completar a 500 cm^3 en un frasco volumétrico, a la temperatura de 20 °C. valorar contra una solución patrón de calcio que contenga 2 mg de $CaCO_3$ en 1 cm^3, siguiendo el procedimiento descrito para la muestra.

Negro de eriocromo T. Usar el indicador en forma sólida. Pulverizar mezclando 1 gramo de indicador con 100 gramos de cloruro de sodio. De esta mezcla se toma una punta de espátula para cada titulación.

Murexida. Preparar una mezcla sólida bien pulverizada, al 1 % en cloruro de sodio o 0,2 gramos en 100 gramos de sulfato de potasio anhidro.

Solución reguladora de pH = 10. Disolver 32 gramos de cloruro de amonio en agua destilada, añadir 285 cm^3 de amoniaco concentrado y completar con agua a 500 cm^3 en un frasco volumétrico.

Solución de hidróxido de sodio. Solución alcalinizante a pH 12. Disolver 24 gramos de NaOH en 100 cm^3 de agua destilada.

Soluciones inhibidoras de otros iones.

Inhibidor de carbamato: Disolver 1,5 gramos de la sal sódica del ácido dietilditiocarbámico en 100 cm^3 de agua. Como inhibidores se pueden utilizar también una solución al 0,5 % de Na_2S o unas gotas de trietanol amina, o solución al 0,5 % de KCN.

Procedimiento

Medir exactamente un volumen del agua (según su riqueza en Ca y Mg), en un frasco volumétrico de 250 cm^3 y diluir a la marca con agua. Pasar una alícuota de 25 cm^3 a un erlenmeyer de 250 cm^3. Añadir agua hasta unos 100 cm^3, la punta de una espátula del indicador de negro de eriocromo T, 1 cm^3 de la solución reguladora de pH = 10 y 1 cm^3 de solución inhibidora. Titular con la solución de EDTA hasta viraje del rojo al azul nítido. El volumen gastado corresponde a la dureza total (Ca + Mg).

En otra alícuota de 25 cm^3 del agua determinar la dureza debida al calcio, procediendo en la forma ya indicada pero reemplazando el indicador de eriocromo T por murexida y añadiendo gota a gota solución alcalinizante de NaOH hasta obtener un pH de 12 a 12,5, comprobando con papel indicador universal. Titular con EDTA hasta viraje de rojo a violeta.

1 cm^3 de EDTA 0,1 M = 4 mg de Ca = 2,4 mg de Mg.

Determinación de la dureza en grados alemanes:

Puede establecerse por cálculo, multiplicando los miligramos de magnesio por litro de agua (expresados en MgO), por 1,4 para tenerlos expresados en CaO. Sumarlos a los miligramos de calcio por litro de agua (expresados en CaO) y dividir el producto por 10. La cifra hallada representa la dureza total.

Titular 100 cm^3 del agua con HCl 0,1 N en presencia de 1 a 2 gotas de solución acuosa de anaranjado de metilo al 0,1 %. Multiplicar los cm^3 de HCl gastados por 2,8. Así se obtiene la dureza debida al carbonato.

Por diferencia entre las dos, se halla la dureza del no carbonato.

4.3.3.10 Metales Por Absorción Atómica. SM 129 A/74

Procedimiento General de Preparación de la Muestra

Acidificar 100 cm^3 de muestra con 1 cm^3 de ácido nítrico concentrado y calentar en autoclave a 121 °C por una hora hasta disolver los sólidos presentes. Dejar enfriar y reajustar el volumen si es necesario. Agitar y filtrar si se nota alguna turbiedad.

Si no se dispone de autoclave: Adaptado del SM 302 D/85. Tomar una alícuota de 100 cm^3. Añadir 5 cm^3 de HNO_3 concentrado. Calentar hasta ebullición suave y evaporación sobre placa caliente hasta el menor volumen posible antes de que se precipiten las sales. Añadir 5 cm^3 más de ácido nítrico, cubrir con un vidrio de reloj y calentar hasta obtener una acción de reflujo. Continuar calentando hasta obtener una solución clara, evitando que la muestra se seque. Añadir 1 cm^3 más de HNO_3 si es necesario para disolver cualquier residuo. Filtrar si es necesario recibiendo el filtrado y las aguas de lavado en un matraz volumétrico de 100 cm^3. Enfriar, diluir a la marca y agitar. Esta solución sirve para todas las determinaciones de metales.

Determinación

La siguiente Tabla, adaptada de Standard Methods 303/74, resume las condiciones de trabajo instrumental para determinar los metales más comunes por este método.

TABLA 4.8 SOLUCION PATRON, COMBINACIONES COMBURENTE-COMBUSTIBLE Y AJUSTES DE LONGITUD DE ONDA PARA LA DETERMINACION DE METALES POR ABSORCION ATOMICA

Metal	Referencia de la solución patrón	Combinación combustible comburente	Longitud de onda nm	Sensibilidad mg/dm³ por 1 %
Aluminio	Al	oxido nitroso-acetileno	309.3	1000 (a)
Bario	Ba	oxido nitroso-acetileno	553.6	200
Berilio	Be	oxido nitroso-acetileno	234.8	100 (b)
Cadmio	Cd	Aire-acetileno	228.8	40
Cromo	Cr	Aire-acetileno	357.9	150
Cobre	Cu	Aire-acetileno	324.7	200
Hierro	Fe	Aire-acetileno	248.3	300
Plomo	Pb	Aire-acetileno	283.3	500
Magnesio(c)	Mg	Aire-acetileno	285.2	15
Manganeso(d)	Mn	Aire-acetileno	279.4	150
Plata	Ag	Aire-acetileno	328.1	100
Cinc	Zn	Aire-acetileno	213.8	40

a) 50 g/dm³ si se extrae
b) 5 g/dm³ si se extrae
c) Añadir butano para obviar la interferencia de fosfato
d) Añadir calcio para obviar la interferencia de la sílice.

4.3.3.10.1 Determinación de Cobre y Cinc

Para la preparación de las curvas patrón de Cu y Zn, se sugieren las siguientes condiciones:

Cu = Solución patrón de cobre. S.M. 119B 3b/74

Pesar 100 mg de hoja de cobre; colocar en un vaso y en una vitrina extractora de gases, con 3 cm³ de agua más 3 cm³ de HNO_3 concentrado. Tapar con vidrio de reloj. Después que todo el material se haya disuelto, añadir un cm³ de H_2SO_4 concentrado y cubriendo el vaso con un vidrio de reloj para evitar pérdidas, calentar sobre placa calentadora hasta que se volatilicen los ácidos. Suspender el calentamiento justo antes que se seque. Enfriar y disolver en agua. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 dm³ y completar a volumen.

1 g Cu en 1 cm³.

Zn = Solución patrón de Cinc. S.M. 165B 3b/74.

Disolver 100 mg de cinc metálico en aproximadamente 1 cm³ de HCl 1 + 1 . Después que todo el metal se haya disuelto transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 dm³ y completar a volumen. 1 cm³ = 1 g de Zn.

4.3.3.10.2 Determinación de Aluminio y Berilio

Reactivos

Acido acético 1 N. Diluir 60 cm³ de ácido acético glacial a 1 dm³ con agua destilada.

Solución de quinolinol. Disolver 20 gramos de 8-hidroxiquinolina en ácido acético 1 N y completar a un volumen de 1 dm³ con el mismo ácido.

Solución reguladora. Disolver 200 gramos de acetato de amonio y 70 cm³ de hidróxido de amonio concentrado en agua destilada y diluir a 1 dm³.

Cloroformo

Al -Solución patrón de aluminio. S.M. 103B 3a/74

Patrón I. Disolver 8,792 gramos de sulfato de aluminio y potasio ($KAl(SO_4)_2$ $12H_2O$) en agua destilada y diluir a 1 dm^3 en un matraz volumétrico. Patrón II. Diluir 10 cm^3 de patrón I a un dm^3 en un matraz volumétrico. 1 cm^3 = 5 g. Debe prepararse cada vez.

Be - Solución patrón de Berilio.

Disolver 5,1893 gramos de nitrato de berilio trihidratado ($Be(NO_3)_2$ $3H_2O$) en agua destilada y diluir a 250 cm^3 para obtener una solución que contiene 1,0 mg/cm^3 de Be.

Procedimiento

A 100 cm^3 de la muestra tratada inicialmente por el procedimiento general descrito, añadir 2 cm^3 de reactivo de 8-quinolinol y 3 cm^3 de solución reguladora, en un embudo de decantación de 250 cm^3. Si es necesario ajustar el pH a 8,0 ± 0,5 y extraer con 5 cm^3 de cloroformo. Repetir la extracción con otros 5 cm^3 y reunir aparte los dos extractos combinados. Determinar la cantidad de metal presente en la fase orgánica y por comparación con los patrones que han sido tratados o extraídos en forma similar.

4.3.3.10.3 Determinación de Cadmio y Plomo

Reactivos

Acido clorhídrico 1 o 6 N.

Solución de ditiocarbamato pirrolidina de amonio. Disolver 4 gramos de la sal en 100 cm^3 de agua destilada.

Metil isobutil cetona. (MIC). R.A.

Cd-Solución patrón de Cadmio. S.M. 109B 3a/74.

Pesar 100 mg de cadmio metálico puro y disolver en una mezcla de 20 cm^3 de agua destilada más 5 cm^3 de HCl concentrado. Si es necesario se puede calentar para ayudar a disolver. Transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico y diluir a la marca con agua destilada. 1 cm^3 = 100 g Cd.

Pb-Solución patrón de Plomo. S.M. 125 A 3b/74

Disolver 1,599 gramos de nitrato de plomo anhidro ($Pb(NO_3)_2$), en una mezcla de 20 cm^3 de agua y 1 ml de HNO_3 concentrado. Diluir a 1 dm^3. Esta solución contienen 1 mg de Pb en 1 cm^3.

Procedimiento

Acidificar con HCl 200 cm^3 de la muestra pretratada, hasta pH 2,2 a 2,8. Pasar a un embudo de decantación. Añadir 1 cm^3 de solución de ditiocarbamato y 5 cm^3 de metil isobutil cetona y agitar manualmente por 2 minutos. Si se forma una emulsión en la interfase de las dos capas se puede romper con centrifugación. Repetir la extracción con 5 cm^3 de solvente y combinar los dos extractos. Si se forma un precipitado en la fase del solvente durante la primera extracción, añadir 5 cm^3 adicionales de MIC y la extracción adicional efectuarla con 10 cm^3 del solvente. No hacer esta dilución si no es absolutamente necesaria pues reduce la sensibilidad del método.

Determinar la cantidad de metal presente en la fase orgánica y por comparación con los patrones que han sido extraídos en igual forma.

4.3.3.10.4 Determinación de Magnesio

Reactivos

Solución reactiva de lantano. Disolver 58,65 gramos de óxido de lantano (La_2O_3), en 250 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado. Diluir a 1 dm^3. La solución contiene 5 gramos de La por 100 cm^3.

Mg-Solución patrón de Magnesio. S.M. 127 C 3g/74

Disolver 10,136 gramos de sulfato de magnesio heptahidratado ($MgSO_4$ $7H_2O$) en agua destilada y diluir a 1 dm^3.

Determinación

Añadir a la muestra y a los patrones suficiente cantidad de solución de lantano para obtener concentraciones de trabajo de 1 g La/100 cm^3.

Leer la concentración de metal presente en la muestra directamente y por comparación con los patrones, calcular su concentración.

4.3.3.10.5 Determinación de Manganeso

Reactivos

Solución reactiva de Calcio. Disolver 2,4752 gramos de $CaCO_3$ en la mínima cantidad posible de ácido clorhídrico y diluir con agua hasta 1 dm^3 para obtener una solución que contiene 1 mg Ca/cm^3.

Mn-Solución patrón de Manganeso. S.M. 128 B 3c/74

Preparar una solución 0,1 N de $KMnO_4$ disolviendo 3,2 gramos de $KMnO_4$ en 1 dm^3 de agua destilada y dejar en reposo en frasco oscuro, varias semanas. Determinar la normalidad por titulación con ácido oxálico.

Calcular el volumen necesario de esta solución para preparar 1 dm^3 de solución que contenga 50 g en 1 cm^3 por la siguiente ecuación:

$cm^3\ KMnO_4 = (4,55/\text{Normalidad}\ KMnO_4)$

A este volumen añadir de 2 a 3 cm^3 de H_2SO_4 concentrado y luego solución al 10 % de tiosulfato de sodio ($NaHSO_3$) gota a gota y con agitación hasta que desaparezca el color. Calentar hasta ebullición para remover el exceso de SO_2. Enfriar y diluir a 1 dm^3 con agua destilada.

1 cm^3 = 50 g Mn

Determinación

Añadir a la muestra y a los patrones suficiente cantidad de solución de calcio para obtener concentraciones de trabajo de 50 mg Ca/dm^3. Leer la cantidad de metal presente en la muestra directamente y por comparación con los patrones, calcular su concentración.

4.3.3.11 Hierro. Determinación Cualitativa

Agregar a unos 10 cm^3 de la muestra, unas gotas de solución de un sulfocianuro alcalino. La aparición de una coloración roja más o menos intensa, indica la presencia de hierro.

Como el hierro suele encontrarse generalmente en estado ferroso, especialmente en agua subterráneas, agregar previamente unas gotas de agua oxigenada o de ácido nítrico (libre de hierro) y calentar para acelerar la oxidación del hierro. Dejar enfriar y proceder como se indicó antes.

Determinación Cuantitativa. Método Colorimétrico con o-fenantrolina. S.M. 315 B/85 Adaptado.

Reactivos

Acido clorhídrico concentrado libre de hierro.

Solución de acetato de sodio: Disolver 350 gramos de CH_3COONa en agua y completar a 1 dm^3.

Reactivo de hidroxilamina: Disolver 10 gramos de $NH_2OH\ HCl$ en 100 cm^3 de agua destilada. Envasar en frasco oscuro.

Solución de o-fenantrolina: Disolver con agitación 0,12 gramos de $C_{12}H_8N_2\ H_2O$ en 100 cm^3 de agua destilada, a una temperatura de 80 °C. Dejar enfriar y envasar en frasco oscuro.

Fe-Solución patrón de Hierro.

Pesar 0,2 gramos de alambre de hierro o de limaduras de hierro (r.a.). Disolver en 20 cm^3 de ácido sulfúrico 1:5 y diluir con agua a 1 dm^3 (Patrón I).

Tomar 50 cm^3 de la solución Patrón I y pasarlos a un frasco volumétrico de 1 dm^3; diluir a la marca con agua (Patrón II).

1 cm^3 = 10 ppm de Fe.

Procedimiento

Tomar alicuotas de 0; 2,0; 5,0; 10,0 cm^3 del patrón II en frascos volumétricos de 50 cm^3. Añadir a cada uno 1 cm^3 de ácido clorhídrico y diluir a 20 cm^3 con agua. Añadir 1 cm^3 de solución de hidroxilamina, 5 cm^3 de solución de acetato de sodio y 5 cm^3 de la solución de fenantrolina. Completar a volumen con agua, agitar y dejar en reposo por 15 minutos. Leer el color a 450 nm. Construir la curva patrón en ppm de Fe contra absorbancia. Tomar 25 cm^3 de la muestra filtrada, acidificar y completar el procedimiento descrito para los patrones. calcular el contenido de hierro en ppm.

4.3.3.12 Arsénico. Método Gutzeit. S.M. 307 C/85 Adaptado.

Reactivos

Acido sulfúrico 1 + 1

Acido nítrico concentrado

Algodón

Solución de acetato de plomo: Disolver 10 gramos de $Pb(CH_3COO)_2\ 3H_2O$ en 100 cm^3 de agua destilada.

Papel sensibilizado con bromuro mercúrico: Cortar tiras de papel de filtro cualitativo, de 12 cm de largo y 2,5 mm de ancho, marcando la altura de 10 cm y humedecer las tiras de papel en una solución de 4 gramos de $HgBr_2$ en alcohol del 95 %. Secar por agitación

en el aire y almacenar en desecador y en la oscuridad. Preferiblemente se deben preparar las tiras de papel inmediatamente antes de usarlas.

Solución de Yoduro de Potasio: Disolver 15 gramos de KI en 100 cm^3 de agua destilada y almacenar en frasco oscuro.

Reactivo de cloruro estannoso: Disolver 40 gramos de $SnCl_2$ $2H_2O$ en 100 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado.

Cinc en granallas

As-Solución patrón concentrada de Arsénico: Disolver 1,3200 gramos de trióxido de arsénico (AsO_3) en 10 cm^3 de agua destilada que contengan 4 gramos de NaOH. Diluir a 1 dm^3 con agua destilada.

1 cm^3 = 1 mg As.

-Patrón intermedio: Diluir 5 cm^3 de la solución patrón concentrado, a 500 cm^3 con agua destilada.

1 cm^3 = 10 g As.

-Solución patrón de trabajo: Diluir 10 cm^3 del patrón intermedio a 100 cm^3 con agua. 1 cm^3 = 1 g As.

Procedimiento

Equipo: Erlenmeyer de 100 cm^3. Bulbo de pipeta volumétrica de 10 cm^3 y tubo de vidrio de 3 mm de diámetro y 10 cm de alto. manguera de latex para las uniones.

Ensamblar el equipo como se ve en la figura 4.1 y colocar la tira de papel sensibilizado con bromuro de mercurio, doblada en la parte superior para sostenerla en el tubo de vidrio.

Preparación de la muestra

Para mineralizar el arsénico y destruir la materia orgánica presente, tomar una alícuota de muestra que contenga de 2 a 30 g de As y añadir 7 cm^3 de H_2SO_4 1 + 1 y 5 cm^3 de HNO_3 concentrado y evaporar hasta humos de SO_3. Enfriar; añadir 25 cm^3 de agua destilada y 1 cm^3 de HNO_3, evaporar de nuevo hasta humos de SO_3. Añadir HNO_3 gota a gota hasta que se destruya la materia orgánica sin permitir que la solución se oscurezca, pues se puede perder As por reducción.

Terminada la mineralización diluir a un volumen apropiado si es necesario.

Tomar una alícuota de la solución de la muestra o toda la muestra si su volumen es menor de 25 cm^3 y pasarla cuantitativamente al erlenmeyer. Diluir a 25 cm^3 con agua. Añadir 7 cm^3 de H_2SO_4 1 + 1 y enfriar. Añadir 5 cm^3 de solución de KI y 4 gotas de reactivo de $SnCl_2$ y de 2 a 5 gramos de cinc. Conectar inmediatamente el equipo del generador y sumergir el equipo en un baño de agua a 20 o 25 °C, dejando reaccionar por 1,5 horas. Remover la tira de papel y medir la longitud de la mancha, promediando los dos lados y estimar el contenido de As según la curva de calibración preparada para tal fin.

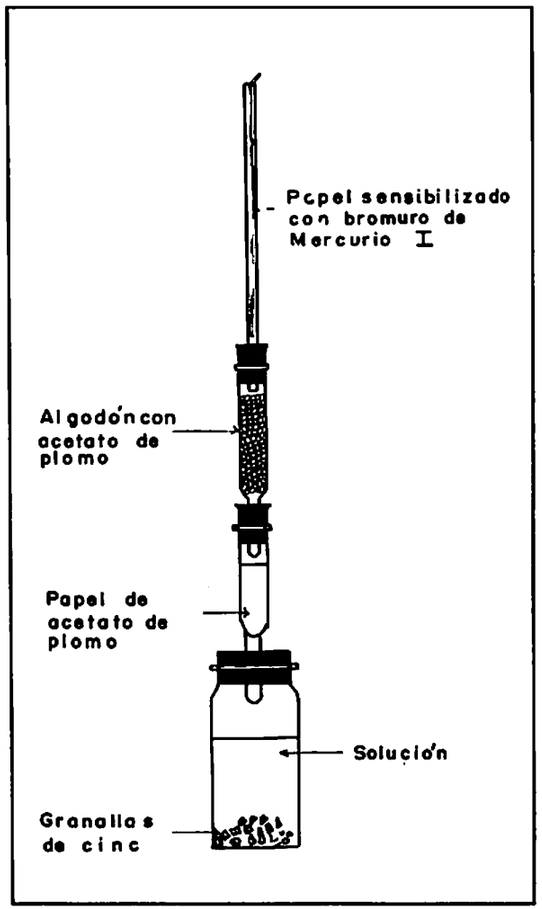


Figura 4.1 Aparato de Gutzeit. Para determinación de Arsénico

Preparación de la Curva de Calibración

Colocar en erlenmeyer generadores 0; 1; 2; 3; 5; 7; 9 y 11 cm^3 de la solución patrón de trabajo. Añadir 14 cm^3 de H_2SO_4 1 + 1 y llevar el volumen de la solución a 25 cm^3 añadiendo la cantidad necesaria de agua destilada en cada caso.

Repetir el procedimiento descrito para las muestras. Remover las tiras de papel y graficar el promedio en mm de longitud de la mancha con su respectiva concentración de As.

4.3.3.13 Amoníaco Libre y Salino Método Cualitativo

Preparación del Reactivo de Nessler:

Disolver 50 gramos de yoduro de potasio en 50 cm^3 de agua caliente, sobre esta solución añadir poco a poco y agitando, una solución concentrada de cloruro mercúrico hasta que no se disuelva el precipitado rojo de yoduro mercúrico. Filtrar y añadir al filtrado 150 gramos de hidróxido de potasio disueltos en 300 cm^3 de agua. Diluir a 1 dm^3 y agregar 5 cm^3 de solución de cloruro mercúrico. Dejar la solución en reposo y decantar el líquido que sobrenada en un frasco oscuro.

Procedimiento

Colocar unos 10 cm^3 de la muestra en un tubo de ensayo y alcalinizar con solución de hidróxido de sodio. Agregar unas gotas de reactivo de Nessler. Si hay amoníaco, aparecerá una coloración amarilla, amarillo-rojiza o un precipitado rojo, de acuerdo con la cantidad de amoníaco presente. La reacción es muy sensible.

4.3.3.14 Nitritos. Determinación Cualitativa. Método de Griess

Para la determinación cualitativa de nitritos puede usarse la reacción de Griess, agregando a unos 10 cm^3 del agua 3 gotas de solución saturada de ácido sulfanílico, 1 gota de ácido sulfúrico al 10 % y 3 gotas de solución saturada de clorhidrato de α-naftilamina. Según la cantidad de nitritos presentes, aparecerá una coloración que varía del rosado al rojo.

Determinación de Nitritos.

Método Colorimétrico. S.M. 419/85 Adaptado.

Reactivos

Solución de ácido sulfanílico: Disolver 0,6 gramos de este en 70 cm^3 de agua caliente; enfriar. Agregar 20 cm^3 de HCl concentrado y diluir a 100 cm^3 con agua. Mezclar bien.

Solución de α-naftilamina. Disolver 0.6 gramos de clorhidrato de α-naftilamina y 1 cm^3 de HCl en agua destilada. Diluir a 100 cm^3 .

Solución de acetato de sodio: Disolver 16,4 gramos de $NaCH_3COO$ $3H_2O$ en agua. Diluir a 100 cm^3. Filtrar si no está clara la solución.

Solución patrón de nitrito de sodio: Disolver 0,497 gramos de $NaNO_2$ en 1 dm^3 de agua (Patrón I). De la solución patrón I tomar 50 cm^3 y diluir a 1 dm^3 con agua recién hervida y fría. Añadir 1 cm^3 de cloroformo como preservativo y guardar en un frasco previamente lavado con agua caliente. (Solución patrón II). Diluir 25 cm^3 a 500 cm^3. (Patrón III).

1 cm^3 = 0,0005 mg de N

1 cm^3 = 0,001642 mg de NO^2

Procedimiento

Tomar una alícuota de 10 cm^3 del agua filtrada. Neutralizar hasta un pH de 6,5 a 7,5 con NaOH o HCl diluídos. Añadir 1 cm^3 de solución de ácido sulfanílico. Dejar en reposo no menos de 3 minutos ni más de 10. Agregar 1 cm^3 de solución de α-naftilamina y 1 cm^3 de solución de acetato de sodio. Diluir a 50 cm^3 en volumétrico. Agitar. Leer el color a 520 nm después de 10 minuto pero antes de 30.

Curva de Calibración: Tomar 0; 2; 4; 6; 8; 10 y 15 cm^3 del patrón III y seguir el procedimiento descrito para la muestra. Graficar ppm de NO_2 contra Absorbancia y determinar la concentración de la muestra por medio de la curva. Expresar el resultado en ppm de $NaNO_2$.

4.3.3.15 Nitratos. Determinación Cualitativa

Determinación Cualitativa: Son muy sensibles las reacciones de coloración que se obtienen con difenilamina o brucina en solución sulfúrica. A 1 cm^3 de agua agregar unos cristales del reactivo y 1 o 2 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Si hay nitratos, aparecerá una coloración fugaz, azul o roja, respectivamente.

Determinación Cuantitativa. Método del ácido fenoldisulfónico. Método adoptado en la cátedra de análisis industriales, Departamento de Química. Facultad de Ciencias Universidad Nacional de Colombia, Bogotá.

Reactivos

Solución de Ag_2SO_4 para la remoción de cloruros: Disolver 4 gramos de sulfato de plata en agua destilada y completar a 1 dm^3. 1 cm^3 de esta solución equivale a 1 mg de Cl. Un contenido mayor de 10 mg por dm^3 interfiere en la determinación.

Acido fenoldisulfónico: Disolver 25 gramos de fenol puro en 150 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado. Añadir 75 cm^3 de ácido sulfúrico fumante, agitar y calentar por 2 horas en baño maría.

Solución concentrada de hidróxido de amonio.

Solución patrón de nitrato: Disolver 721,8 mg de KNO_3 anhidro y diluir a 1 dm^3 con agua destilada. Esta solución contiene 100 mg por dm^3 de N. Solución estándar de nitrato: Tomar 50 cm^3 de la solución anterior, pasarlos a una cápsula de porcelana y evaporar al baño maría hasta sequedad. Disolver el residuo en 2 cm^3 del reactivo de ácido fenoldisulfónico y diluir exactamente a 500 cm^3 con agua destilada. Cada cm^3 de esta solución = 10 mg de N = 0,0443 mg de NO_3.

Procedimiento

Remoción de Cloruros: Determinar el contenido de cloruros en la muestra. Tratar 100 cm^3 con una cantidad equivalente de la solución valorada de sulfato de plata. Eliminar el precipitado de cloruro de plata filtrándola por papel de filtro seco.

Tratamiento de la muestra: Tomar 50 cm^3 de la muestra filtrada y 50 cm^3 de agua destilada (blanco) y pasarlas a dos cápsulas de porcelana. Neutralizarlas (pH = 7).

Evaporar a sequedad en baño maría e inmediatamente agregar a cada cápsula 2 cm^3 del reactivo fenoldisulfónico, para disolver el residuo; añadirles 20 cm^3 de agua destilada y 8 cm^3 de la solución de amoniaco. Pasar las soluciones a frascos volumétricos de 50 cm^3 y completar el volumen con agua destilada. Dejar en reposo por 20 minutos para el desarrollo de una coloración amarilla en la muestra.

Lecturas Fotométricas: Ajustar el cero del espectrofotómetro con el blanco, utilizando una longitud de onda de 410 nm. Cambiar el blanco por la muestra y leer la absorbancia.

El valor de la concentración de nitratos correspondiente a la absorbancia, se lee en una gráfica construida de acuerdo con la

técnica siguiente: A partir de la solución estándar de nitratos, preparar soluciones de distintas concentraciones, siguiendo el mismo tratamiento de la muestra. Se recomiendan las siguientes concentraciones de nitrato: 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,8; y 2,0 mg de nitrato por litro, colocando en las ordenadas los valores de las absorbancias y en las abscisas los correspondientes a las concentraciones de nitratos.

4.3.3.16 Cloruros. Determinación Cualitativa

Determinación Cualitativa: Agregar a unos 10 cm^3 del agua unas gotas de ácido nítrico concentrado y de solución de nitrato de plata. Un enturbiamiento o un precipitado blanco, caseoso, indica la presencia de cloruros.

4.3.3.16.1 Determinación Cuantitativa.

Método de Mohr. S.M. 407A/85. Adaptado.

Titular 50 cm^3 del agua (previamente neutralizada si es necesario), con una solución 0,05 N de $AgNO_3$, usando como indicador 0,5 cm^3 de solución al 5 % de cromato de potasio. El punto final lo indica la aparición de una coloración rojiza débil que permanece.

Observaciones al Método de Mohr

Para visualizar mejor el color rojizo, es conveniente diluir la muestra con unos 100 a 150 cm^3 de agua destilada, antes de efectuar la titulación. Si existen cationes que den color a la solución, es necesario eliminarlos antes de hacer la titulación.

En todos los casos es necesario neutralizar la muestra, procediendo en la siguiente forma: Si es ácida, agregar unas gotas de solución de fenolftaleína y solución diluida de NaOH, hasta aparición de una coloración rosada. Añadir gota a gota ácido acético hasta desaparición del color. Si la solución es alcalina, agregar fenolftaleína y solución diluida de ácido nítrico hasta desaparición del color; continuar como se indicó anteriormente.

4.3.3.16.2 Método Mercuriométrico. S.M. 407 B/85. Adaptado.

De acuerdo con las especificaciones de los métodos estándar de la APHA, se utiliza actualmente este método volumétrico para la determinación de cloruros en el agua. El reactivo para la titulación es el nitrato mercúrico, cuya concentración varía de acuerdo con la

riqueza en cloruro del agua que se va a analizar. El reactivo se valora con una solución patrón de cloruro de sodio. Para conocer el punto final de la titulación se utiliza un indicador mixto cuyo principal componente es la S-difenilcarbazona, cuya composición varía también con los límites de cloruros.

El método puede aplicarse para la determinación de bromuros y yoduros, pero en todos los casos debe tenerse en cuenta la interferencia debida a la presencia de iones de cromatos, Fe^{+3} y SO_3^{-2} si están presentes en cantidades mayores de 10 mg por dm^{-3} de agua.

Por razones de comodidad, se ha modificado el método en la siguiente forma:

Reactivos

Solución patrón 0,0282 N. Disolver en agua libre de cloruros, 1,6482 gramos de NaCl previamente desecado a 140 °C, y completar el volumen exactamente a 1 litro.

Indicador mixto: Disolver 5 gramos de s-difenilcarbazona y 0,5 gramos de bromofenol azul en 750 cm^3 de alcohol etílico o isopropílico y diluir a 1 litro con el mismo solvente.

Solución de nitrato mercúrico 0,0282 N. Disolver 5,0 gramos de $Hg(NO_3)_2$ H_2O o 4,6 de $Hg(NO_3)_2$, en 100 cm^3 de agua que contenga 0,5 cm^3 de HNO_3 concentrado, diluir exactamente a 1 litro y titular con la solución de NaCl en la siguiente forma: Medir 20 cm^3 de la solución patrón de NaCl y colocarlos en un erlenmeyer de 250 cm^3. Agregar unos 80 cm^3 de agua, 0,5 cm^3 del indicador y mezclar bien; debe aparecer una coloración púrpura.

Añadir HNO_3 0,1 N gota a gota hasta que el color pase a amarillo. Titular con la solución de nitrato mercúrico hasta viraje permanente al púrpura. Conducir un blanco en las mismas condiciones, reemplazando la solución de NaCl por agua destilada. Hacer la corrección necesaria.

1 cm^3 de solución de $Hg(NO_3)_2$ = 1 mg de Cl.

Procedimiento

Medir exactamente 100 cm^3 de la muestra y proceder como se indicó anteriormente para la titulación de $Hg(NO_3)_2$.

mg de Cl/dm^3 x 1,65 = mg NaCl/dm^3

4.3.3.17 Cloro Residual. Método DPD.

Titulación con sulfato ferroso amónico en presencia de indicador N,N-dietil-p-feniléndiamina. S.M. 408D/85

Reactivos

Solución reguladora de fosfato:

Disolver 800 mg de Na_2EDTA (Sal disódica del ácido etiléndiaminotetraacético hidratada) en 100 cm^3 de agua (Solución A).

Disolver 24 g de fosfato disódico anhidro (Na_2HPO_4) y 46 g de fosfato monopotásico anhidro (KH_2PO_4) en la solución A y diluir a 1 dm^3 con agua destilada. Añadir 20 mg de $HgCl_2$ para evitar el crecimiento de hongos e interferencias en la prueba de cloro libre causadas por pequeñas cantidades de yoduro en los reactivos. (Cuidado: el $HgCl_2$ es tóxico).

Solución indicadora de N,N-dietil-p-feniléndiamina (DPD)

Disolver 200 mg de Na_2EDTA con 8 cm^3 de H_2SO_4 1+3 en agua destilada libre de cloro (Solución B)

Disolver 1 g de oxalato de DPD o 1,5 g de sulfato pentahidratado de DPD o 1,1 g de sulfato anhidro en la solución B y completar hasta 1 dm^3 con agua destilada libre de cloro.

Almacenar en una botella de vidrio oscuro provista de de tapón de vidrio, en la oscuridad y decantar cuando se decolore. Verificar la absorbancia de la solución a 515 nm y descartarla cuando exceda a 0,002/cm. (Cuidado el oxalato es tóxico.)

Solución patrón de Sulfato Ferroso Amónico (FAS)

Acidular con 1 cm^3 de H_2SO_4 1+3, un dm^3 de agua destilada recientemente hervida y enfriada. Disolver 1,106 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ $6H_2O$ en una porción del agua acidulada y completar a volúmen (1 dm^3) con la misma agua.

1 cm^3 de solución equivale a 100 g de Cl_2

Esta solución se puede usar durante un mes y el título se puede verificar contra una solución patrón de dicromato de potasio.

Yoduro de Potasio cristales.

Solución de Yoduro de Potasio 0,5 g/100 cm^3. Preparada fresca cada vez que se use en agua recientemente hervida y fria.

Solución 0,1 N de dicromato de potasio.

Disolver 4,904 g de $K_2Cr_2O_7$ anhidro en agua y diluir a 1 dm^3. Almacenar en frasco con tapón de vidrio.

Indicador de difenilaminosulfonato de bario. Disolver 0,1 g de $(C_6H_5NHC_6H_4\text{-}HSO_3)_2Ba$ en 100 cm^3 de agua destilada.

Titulación del Sulfato Ferroso Amónico

A una alícuota de 100 ml de FAS, Añadir 10 cm^3 de H_2SO_4 1+5, 5 cm^3 de H_3PO_4 concentrado y 2 cm^3 de indicador de difenilaminosulfonato de bario y titular con la solución patrón de dicromato de potasio hasta que un color violeta que persista por 30 segundos indique el punto final.

Determinación de las especies de cloro libre presentes

Procedimiento (Para concentraciones máxima de 5 mg dm^{-3}. Si se esperan concentraciones mayores, se debe diluir cuantitativamente la muestra.)

a) Cloro libre

Colocar 5 cm^3 de solución reguladora de fosfato y 5 cm^3 de solución indicadora de DPD en un erlenmeyer de 500 cm^3; añadir una alícuota de 100 cm^3 del agua que se va a analizar y mezclar. (Si la muestra se añade antes que la solución reguladora, la prueba no funciona).

Titule rápidamente hasta que desaparezca el color rojo [Lectura A]. Reserve la solución para determinar monocloroamina.

b) Monocloroamina

A la solución reservada en a), añadir 2 gotas de solución de KI y mezclar. Continuar la titulación hasta que el color rojo desaparezca de nuevo [Lectura B]. Reserve la solución para determinar dicloroamina.

c) Dicloroamina

A la solución reservada en b) añadir 1 g de KI y mezclar hasta disolver. Dejar en reposo por 2 minutos y continuar la titulación hasta

que desaparezca el color rojo [Lectura C]. Para concentraciones de dicloroamina superiores a 1 mg dm^{-3}, dejar en reposo 2 minutos mas y si vuelve a aparecer el color es porque la reacción no ha terminado. Cuando se esperen concentraciones muy pequeñas de dicloroamina se puede efectuar esta titulación añadiendo solo 0,5 g de KI.

d) Cloro Total

A otra alícuota de 100 cm^3 preparada como se describió en a), añadir 1 g de KI, mezclar para disolver, dejar en reposo 2 minutos y titular.

e) Cloro Total Combinado (Monocloroaminas + Dicloroaminas)

A una solución reservada como en a), añadir 1 g de KI, mezclar para disolver, dejar en reposo 2 minutos y titular.

f) Tricloruro de Nitrógeno

Añadir 1 gota de solución de KI en un erlenmeyer de 250 cm^3, agregar 100 cm^3 de muestra y mezclar. En otro erlemeyer de 500 cm^3 mezclar 5 cm^3 de solución reguladora y 5 cm^3 de solución indicadora de DPD. Pasar cuantitativamente el contenido del primer erlenmeyer sobre el segundo y titular rápidamente con la solución patrón de sulfato ferroso [Lectura N].

Cálculos

Considerando alícuotas de 100 cm^3 de muestra sin diluir y solución patrón de sulfato ferroso amónico cuya concentración corresponda a 1 cm^3 = 1 mg de cloro como Cl_2 dm^3.

Lectura	NCl_3 ausente	$NCl_{3\ presente}$
A	Cloro libre	Cloro libre
B-A	NH_2Cl	NH_2Cl
C-B	NH_2Cl	$NH_2Cl + ½NCl_3$
N	-	Cl_2 libre + $½NCl_3$
2(N-A)	-	NCl_3
C-N	-	NH_2Cl

En el caso que la monocloroamina esté presente con NCl_3 estará incluida en la lectura N, en cuyo caso se obtiene NCl_3 de 2(N-B).

Si el dióxido de Cloro (ClO_2) está presente, la quinta parte de su concentración se incluye en la lectura del cloro libre (Lectura A)

Para mas detalles sobre el principio aplicado, condiciones operativas, interferencias, precisión y exactitud debe consultarse la fuente original y la norma ICONTEC 903.

4.3.3.18 Acido Sulfúrico o Sulfatos

a.Determinación cualitativa: a unos 10 cm^3 de agua, agregar unas gotas de ácido clorhídrico concentrado y solución de cloruro de bario. Un enturbiamiento o precipitado blanco indica la presencia de sulfatos.

b. Determinación cuantitativa: S.M. 426 C/85 Adaptado

Reactivos

Cloruro de bario al 10 %

Cloruro de sodio al 24 %

Glicerina 1:1

Patrón de sulfato de sodio anhidro, preparado en tal forma que 1 cm^3 = 0,1 ppm de SO_3.

Curva patrón:

Medir alícuotas del patrón en frascos volumétricos de 50 cm^3, así:

0 cm^3 =blanco

10 cm^3=1 ppm

20 cm^3=2 ppm

30 cm^3=3 ppm

40 cm^3=4 ppm

Agregar a cada frasco 4 cm^3 de glicerina, 2 cm^3 de la solución de cloruro de sodio y 2,5 cm^3 de solución de cloruro de bario. Agitar por rotación, completar el volumen con agua y leer en el colorímetro

usando un filtro de 425 nm. Construir la curva patrón de concentración contra absorbancia.

Para la determinación de sulfatos en la muestra, repetir el procedimiento usado para la construcción de la curva de calibración, partiendo de alícuotas adecuadas de acuerdo con el contenido de sulfatos. Estas alícuotas pueden ser, por ejemplo, de 10 a 25 cm^3 del agua.

Un método menos exacto, pero suficiente en trabajos de rutina, consiste en preparar, como en el caso anterior, soluciones conocidas de sulfato de sodio y colocarlas en tubos de Nessler; agregar a cada una el mismo volumen de solución de cloruro de bario y comparar la turbidez producida con la de una muestra del agua en examen, preparada en las mismas condiciones.

El cloruro de sodio y la glicerina se pueden reemplazar por una solución reguladora preparada con cloruro de magnesio, nitrato de potasio, acetato de sodio y ácido acético de la manera descrita en el método oficial SM 426C.

4.3.3.19 Acido Fosfórico o Fosfatos

Determinación Cuantitativa

Reactivo

Solución de molibdato de amonio: Disolver en caliente 15 gramos de molibdato de amonio en 100 cm^3 de agua destilada. Dejar enfriar y agregar poco a poco y agitando, sobre 100 cm^3 de una solución acuosa de ácido nítrico 1:1.

Determinación Cualitativa

Agregar unos 10 cm^3 de la muestra unos cristales de nitrato de amonio, unas gotas de ácido nítrico y unos 5 cm^3 de solución de molibdato de amonio. La aparición de un precipitado amarillo indica la presencia de fosfatos.

Para fósforo combinado es necesario mineralizarlo por digestión ácida. Ver otros métodos en el SM 424/85.

4.3.3.20 Gases Disueltos

4.3.3.20.1 Acido Carbónico Total

Puede utilizarse el método gravimétrico de Winkler, produciendo hidrógeno en un volumen medido del agua (por ejemplo 100 cm^3),

por adición de cinc o ácido clorhídrico y haciendo pasar el gas lavado y desecado, por un tubo de absorción cargado con KOH. Por este procedimiento, el hidrógeno desaloja el ácido carbónico libre y el de los bicarbonatos que se ha puesto en libertad por la acción del HCl. La diferencia de peso del tubo de absorción después y antes de pasar el gas, corresponde al ácido carbónico total.

4.3.3.20.2 Acido Carbónico de los Bicarbonatos

Titular 100 cm^3 del agua con HCl 0,1 N utilizando como indicador 1 o 2 gotas de solución acuosa de anaranjado de metilo al 0,1 %. 1 cm^3 de HCl 0,1 N = 2,2 mg de ácido carbónico de los bicarbonatos = 2,2 mg de ácido carbónico combinado o semicombinado.

4.3.3.20.3 CO_2 Libre

Como la determinación es larga y dispendiosa, puede obtenerse por cálculo, restando del ácido carbónico total el de los bicarbonatos.

4.3.3.20.4 CO_2 Agresivo

Método adoptado en la cátedra de análisis industriales Dpto. de Química, Fac. de Ciencias, U. N. Bogotá.

Se puede calcular por medio de Tablas especiales, conociendo la riqueza en ácido carbónico combinado y libre.

Puede también determinarse directamente por un método volumétrico, aprovechando su poder disolvente sobre el mármol:

Procedimiento:

En un frasco de 500 cm^3 de capacidad, colocar 2 a 3 gramos de mármol en polvo y llenarlo con el agua que se investiga. Tapar el frasco herméticamente, agitar fuertemente y dejarlo en reposo por 1 a 3 días. Medir con una pipeta 100 cm^3 del agua clara y valorarla con HCl 0,1 N en presencia de anaranjado de metilo.

Descontar de la cantidad obtenida, la encontrada en la titulación del ácido carbónico de los diferentes bicarbonatos en el agua no tratada y multiplicar la diferencia por 2,2.

4.3.3.21 Demanda Química de Oxígeno (DQO). S.M. 508 A/85

Reactivos

Solución de bicromato de potasio 0,25 N (Disolver 12,25 g en 1 dm^3).

Sulfato mercúrico cristalizado.

Solución de ácida de sulfato de plata: Disolver 1 gramo de sulfato de plata en 75 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado.

Indicador de ferroína: Disolver 1,485 gramos de o-fenantrolina monohidratada y 695 mg de $FeSO_4\ 7H_2O$ en 100 cm^3 de agua destilada.

Solución de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado 0,1 N: Pesar 39,21 gramos de $FeSO_4(NH_4)_2SO_4\ 6H_2O$ disolver en agua destilada y completar a 1 dm^3.

Procedimiento

Para muestras con un DQO > 50 mg/dm^3

En un matraz de 300 cm^3 de capacidad, colocar 0,4 gramos de sulfato mercúrico, 10 cm^3 de la solución de bicromato de potasio y 20 cm^3 de la muestra de agua, previamente homogenizada (puede ser en una batidora eléctrica) y pasada por un tamiz de 0,5 mm de porosidad; agregar unas perlas de vidrio para regular la ebullición y 30 cm^3 de la solución ácida de sulfato de plata, cuidando de añadirla lentamente, por la pared del matraz y con permanente refrigeración. Conectar el matraz a un refrigerante de reflujo y hervir 2 horas, evitando saltos del contenido y escapes de vapor. Dejar enfriar y lavar sobre el mismo matraz el pico del refrigerante con ayuda de agua destilada. Titular el exceso de bicromato con la solución de sulfato ferroso, en presencia de 2 a 3 gotas de indicador. El punto final se logra con un viraje brusco del verde azulado al pardo rojizo.

Conducir un blanco en las mismas condiciones.

El DQO se calcula según la siguiente fórmula:

$$(mg/dm^3)\ DQO = \frac{(a - b)\ c \times 8.000}{cm^3\ muestra}$$

Donde:

a =cm^3 de solución de sulfato ferroso usados en el blanco

b =cm^3 de solución de sulfato ferroso usados en la muestra

c =Normalidad de la solución de sulfato ferroso

Para muestras con DQO < 50 mg/dm³, seguir el mismo procedimiento, pero utilizando solución de bicromato de potasio 0,025 N y solución de sulfato ferroso 0,01 N.

4.3.3.22 Determinación de Aceite y Grasa

Método propuesto por Cruz L. E. Laboratorio de Aguas, Instituto de Ensayos e Investigaciones U. N. Bogotá

Toma de Muestras

Tomar un dm³ de agua de la fuente, teniendo cuidado que sea representativa, en un frasco de vidrio previamente marcado al volumen deseado y provisto de tapones de vidrio. El tapón no debe tocar la superficie del líquido. Acidular con 5 cm³ de H_2SO_4 para inhibir la acción bacterial durante el almacenamiento y transporte.

Determinación

Romper la emulsión presente acidulando con más H_2SO_4, añadiendo NaCl y agitando. Filtrar toda la muestra, con ayuda de vacío, en un embudo buchner provisto de un medio filtrante que consiste en un disco de muselina que soporta tierra de infusorios en un espesor aproximado de 0,5 cm de alto.

Secar la cama filtrante con el residuo a 80 °C hasta peso constante.

Pasar cuantitativamente a un disco de papel de filtro y enrollar para evitar pérdidas en la extracción.

Extraer por medio de un equipo soxhlet (Figura 1.8) o goldfish utilizando una cantidad apropiada de n-hexano o de éter de petróleo con puntos de ebullición entre 35 y 60 °C.

Eliminar el solvente por destilación y evaporación y secar el residuo oleoso hasta peso constante.

4.3.3.23 Fenoles. S.M. 510 B/85

Aparato

Destilador de vidrio con uniones esmeriladas y de 1 dm³ de capacidad.

Reactivos

Todas las soluciones deben prepararse con agua destilada libre de fenoles y cloro.

Solución de sulfato de cobre: Disolver 100 gramos de $CuSO_4$ $5H_2O$ en agua y completar a 1 dm³.

Solución de ácido fosfórico: Diluir 10 cm³ de H_3PO_4 del 85 % a 100 cm³ con agua destilada.

Solución de cloruro de amonio: Disolver 50 gramos de NH_4Cl en agua destilada y diluir a 1 dm³.

Solución de aminoantipirina: Disolver 2 gramos de 4-aminoantipirina en agua destilada y diluir a 100 cm³. Esta solución debe prepararse fresca cada vez que se va a usar.

Solución de ferricianuro de potasio: Disolver 8,0 gramos de $K_3Fe(CN)_6$ en agua destilada y diluir a 100 cm³. Filtrar si es necesario. Debe preparase fresca cada semana.

Cloroformo

Sulfato de sodio anhidro granular

Hidróxido de amonio concentrado

Procedimiento

A una muestra de 500 cm³ de agua en el balón de destilación, añadir 5 cm³ de solución de sulfato de cobre y controlar el pH a 4,0 con solución de H_3PO_4. Destilar hasta recibir 450 cm³ de destilado. Interrumpir el calentamiento. Cuando cese la ebullición, añadir 50 cm³ de agua destilada al balón de destilación y continuar destilando hasta completar 500 cm³ de destilado.

Colocar 500 cm³ del destilado, o una alícuota que no contenga más de 50 g de fenol, en un vaso de precipitados de 1 dm³.

Preparar un blanco con 500 cm³ de agua destilada y series de 500 cm³ de líquido que contengan 5, 10, 20, 30, 40 y 50 g de fenol.

Añadir a la muestra y a los patrones 10 cm³ de solución de cloruro de amonio y ajustar a pH 10 ± 0,2 con solución de hidróxido de amonio concentrado.

Trasferir cuantitativamente a embudos de separación de 1 dm³, añadir 3 cm³ de solución de aminoantipirina, mezclar bien y añadir 3

cm^3 de solución de ferricianuro de potasio. Mezclar bien y dejar en reposo 3 minutos para que desarrolle el color. La solución debe quedar clara y ligeramente amarilla.

Extraer inmediatamente con 25 cm^3 de cloroformo, agitando y dejando en reposo 10 veces consecutivas. Filtrar la capa de cloroformo por sulfato de sodio anhidro soportado en papel de filtro y leer la absorbancia en los extractos clorofórmicos secos. La longitud de onda apropiada es de 460 nm. Graficar absorbancia contra concentración de fenol y calcular el contenido de la muestra sobre la curva de calibración.

4.3.3.24 Sustancias Activas al Azul de Metileno. S.M. 512 B/85

Reactivos

Solución patrón de sulfonato: Disolver 1 gramo de ingrediente activo de sulfonato de alquil bencilo, Lauril Sulfato de Sodio (Dodecil Sulfato de Sodio) $C_{12}H_{22}OSO_3Na$ en agua destilada y evitando la agitación, diluir hasta 1 dm^3 de solución. Diluir 10 dm^3 de esta solución madre a 1 dm^3 con agua destilada. 1 cm^3 contiene 0,01 mg de ingrediente activo.

Solución indicadora de fenolftaleína al 1 % en alcohol del 50 %.

Solución de hidróxido de sodio 1 N. Disolver 40 gramos de NaOH y diluir a 1 dm^3 con agua destilada.

Solución de ácido sulfúrico 1 N: Verter 27 cm^3 de H_2SO_4 reactivo gr. sp. 1,84 y 94 % H_2SO_4, sobre 250 cm^3 de agua, enfriando con baño de hielo. Diluir esta solución a 1 dm^3.

Cloroformo grado R.A.

Reactivo de azul de metileno:

Solución A: Disolver 0,100 gramos de azul de metileno en 100 cm^3 de agua destilada.

Solución B: Verter 6,8 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado sobre 500 cm^3 de agua destilada y disolver en esta solución 50 gramos de fosfato monosódico nonohidratado $NaH_2PO_4\ H_2O$.

Transferir una alícuota de 30 cm^3 de la solución A a un matraz aforado de 1 dm^3.

Diluir con la solución B y agitar hasta disolver completamente. Completar el aforo con agua destilada y agitar para homogenizar.

Solución lavadora: Verter 6,8 cm^3 de ácido sulfúrico concentrado sobre 500 cm^3 de agua destilada en un vaso de precipitados. Disolver completamente en la solución ácida 50 gramos de $NaH_2PO_4\ H_2O$. Transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1 dm^3 y completar a la marca con agua.

Procedimiento

Preparación de la Curva de Calibración:

En embudos de separación de 500 cm^3 de capacidad y preferiblemente con tapones de teflón, colocar alícuotas de 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15 y 20 cm^3 de la solución patrón de sulfonato. Añadir en cada uno agua suficiente para completar un volumen de 100 cm^3.

Alcalinizar la solución añadiendo solución de NaOH 1 N gota a gota, usando fenolftaleína como indicador. Eliminar el color rosado con una gota de ácido sulfúrico 1N.

Añadir 10 cm^3 de cloroformo y 25 cm^3 de reactivo de azul de metileno y agitar por 30 segundos para extraer. Dejar separar las fases. Drenar la capa de cloroformo a otro embudo de separación lavando el tubo de salida del primero con unas gotas de cloroformo. Repetir la extracción tres veces usando porciones de 10 cm^3 de cloroformo cada vez combinando todos los extractos en el segundo embudo. Añadir 50 cm^3 de solución lavadora y agitar cuidadosamente por 30 segundos. Dejar en reposo y drenar la capa clorofórmica a través de lana de vidrio recibiéndola en matraces volumétricos de 100 cm^3. Repetir el lavado dos veces más con 10 cm^3 de cloroformo cada vez. Lavar la lana de vidrio y el embudo con cloroformo recogiendo todo el solvente en el matraz. Completar a volumen con cloroformo y mezclar bien.

Determinar la absorbancia de la solución a 652 nm contra el blanco de cloroformo y graficar absorbancia contra concentración en mg/dm^3.

Determinación en la Muestra:

Seleccionar el volumen de la alícuota que debe tomarse de la muestra según la concentración esperada de ingrediente activo así:

400 cm^3 para concentraciones menores de 0,08 mg/dm^3

250 cm^3 para concentraciones menores de 0,40 mg/dm^3

100 cm^3 para concentraciones menores de 2,0 mg/dm^3

20 cm^3 para concentraciones menores de 10 mg/dm^3

Diluir a 100 cm^3 si la muestra es menor de este volumen o trabajar con toda la muestra en los casos restantes. Aplicar el mismo procedimiento efectuado para construir la curva patrón iniciando en : "Alcalinizar la solución ...", teniendo cuidado que si en la etapa de la extracción clorofórmica el color azul en la fase acuosa desaparece o se empalidece, se debe descartar la muestra y repetir la determinación usando una alícuota más pequeña.

Calcular los mg/dm^3 de sustancias activas al azul de metileno interpolando la absorbancia leída para los extractos de la muestra sobre la curva patrón.

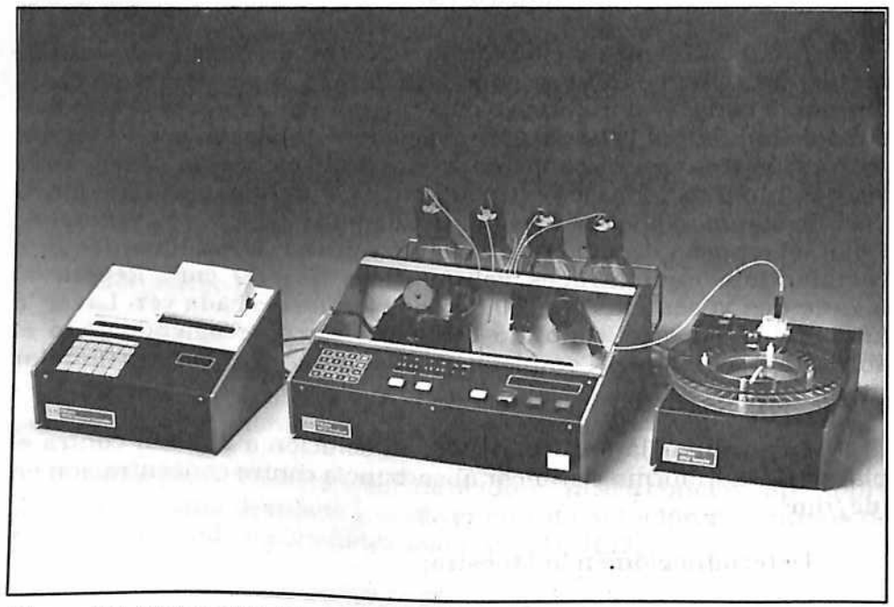


Figura 4.2. *Sistema Modular para análisis de elementos minerales por colorimetria, por flujo continuo. Flow Inyection Analysis TECATOR . Utilizado principalmente en análisis de aguas.*

4.4 BIBLIOGRAFIA

APHA-AWWA-WPCF. *Standard Methods for the examination of water and wastewater.* 16th Ed. 1985.

APHA-AWWA-WPCF. *Standard Methods for the examination of water and wastewater.* 15th Ed. 1974.

CRUZ LUIS EDUARDO. Sección de Aguas Instituto de Ensayos e Investigaciones. Facultad de Ingeniería. Universidad Nacional de Colombia. Comunicación Personal.

ICONTEC 813 Primera Revisión AGUA POTABLE.

ICONTEC 881 AGUA POTABLE. Determinación de la turbiedad.

ICONTEC 897 AGUA POTABLE. Determinación del residuo total

ICONTEC 903. AGUA POTABLE. Determinación del cloro residual total.

ICONTEC 958. AGUA POTABLE. Determinación del olor y el sabor.

ICONTEC 1026. AGUA POTABLE. Determinación del fluoruro.

ICONTEC 1063. AGUA POTABLE. Medidores para agua potable fría, tipo volumétrico.

ICONTEC 1162. AGUA POTABLE. Determinación del cromo hexavalente

ICONTEC 1163. AGUA POTABLE. Determinación del arsénico

ICONTEC 1164. AGUA POTABLE. Determinación del Cadmio.

ICONTEC 1197. AGUA POTABLE. Determinación de Nitratos

ICONTEC 1198. AGUA POTABLE. Determinación de plomo.

ICONTEC 1208. AGUA POTABLE. Determinación de nitritos.

ICONTEC 1209. AGUA POTABLE. Determinación de hierro.

ICONTEC 1286. AGUA POTABLE. Determinación de manganeso.

ICONTEC 1312. AGUA POTABLE. Determinación de cianuro.

ICONTEC 1433. AGUA POTABLE. Ensayos bacteriológicos.

ICONTEC 1454. AGUA POTABLE. Determinación de boro.

ICONTEC 1455. AGUA POTABLE. Determinación de SAB (sulfonato de alquil-bencilo).

ICONTEC 1456. AGUA POTABLE. Determinación de bario.

ICONTEC 1459. AGUA POTABLE. Determinación de mercurio.

ICONTEC 1460

AGUA POTABLE. Determinación de selenio.

ICONTEC 1603. AGUA POTABLE. Determinación de sulfatos.

ICONTEC 1604. AGUA POTABLE. Determinación de la dureza cácica y la dureza total.

ICONTEC 1623. AGUA POTABLE. Determinación de cloruros.

ICONTEC 1658. AGUA. AGUA POTABLE. Determinación del magnesio.

ICONTEC 1659. AGUA POTABLE. AGUA. Determinación del cobre.

ICONTEC 1660. AGUA POTABLE. AGUA. Determinación de cinc.

ICONTEC 1661. AGUA POTABLE. Determinación de fenoles.

ICONTEC 2299. AGUA POTABLE. Toma de muestras.

ICONTEC 2753. AGUA. Permanganato de potasio para el tratamiento de aguas.

MAHECHA G. Evaluación Sensorial en el Control de Calidad de Alimentos Procesados. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias, Bogotá 1985.

LUIS BLAS. Agenda del Químico. Aguilar S.A. Ediciones 3ª Ed. 1963.

Ministerio de Salud Pública. Decreto Nacional 2105 del 26 de junio de 1983

CAPITULO V

VINO - AGUARDIENTES Y LICORES

5.1 INTRODUCCION

La bebidas son productos incorporados a la dieta alimenticia, que se caracterizan por el suministro de agua al organismo, a veces en cantidades considerables. Además del agua, pueden aportar otras sustancias estimulantes, nutritivas o aromáticas.

Las bebidas se pueden dividir en dos grandes grupos:

a) Bebidas estimulantes

b) Bebidas hídricas

Las bebidas estimulantes comprenden:

Las bebidas alcohólicas, que además de agua, aportan alcohol al organismo, siendo este un producto energético y estimulante del sistema nervioso, que produce 7 calorías por cada gramo de alcohol. El alcohol puede provenir de la fermentación de materias primas ricas en azucares como en el vino y la cerveza, o de la destilación de productos fermentados, como en los aguardientes y las que se preparan con alcohol, agua azúcar y sustancias aromáticas o nutritivas, llamadas licores y entre los cuales podemos mencionar las Cremas de Licor, las cuales se expenden en el comercio con diversos nombres. Las bebidas estimulantes no alcohólicas, ejercen una acción excitante sobre los centros nerviosos y otros órganos; son de gran consumo entre nosotros el café, el té y el chocolate.

Siendo las bebidas muy numerosas, nos ocuparemos solo de las alcoholicas de mayor consumo. Su control de calidad tiene por objeto establecer las condiciones en que se encuentran, especialmente desde el punto de vista higiénico. En la determinación de sus componentes, se establecen también los límites de tolerancia de determinadas sustancias y las adulteraciones que son frecuentes debido a su costo elevado. Existen una serie de determinaciones comunes a todas las bebidas, tales como la del contenido de cenizas, análisis de estas, acidez, extracto, etc, además del alcohol y los productos volátiles que se forman en los procesos de fermentación o añejamiento. A veces es necesario llevar a cabo determinaciones especiales como sacarina, colorantes no permitidos, alcohol metílico, etc.

En los capítulos siguientes describiremos los procesos básicos de obtención de bebidas alcohólicas tan importantes como la cerveza y el vino y los métodos de análisis mediante los cuales se ejerce su control de calidad.

5.2 VINO. DEFINICION

Según lo propone el Instituto Colombiano de Normas Técnicas se puede llamar vino al producto resultante de la fermentación alcohólica normal del mosto de uvas frescas y sanas o del mosto concentrado de uvas sanas, sin adición de otras sustancias y con una graduación mínima de 10° alcoholimétricos.

5.3 COMPOSICION QUIMICA

Los componentes del vino son los siguientes:

a) Agua: Esta corresponde al 80 % de la composición total.

b) Alcohol: Los vinos contienen alcohol etílico en una proporción de 12 al 18 % en volumen. La fuerza del vino se origina en su contenido alcohólico, que procede casi en su totalidad de la fermentación del jugo de la fruta.

Cuando un vino se enriquece en alcohol el procedimiento se denomina "encabezado".

Además del etanol, se encuentran alcoholes de 3 y 4 carbonos. El metanol no debería estar presente debido a su carácter tóxico.

c) Glicerina: Esta sustancia se origina durante la fermentación. Esta propiedad la hace útil como criterio analítico para distinguir entre vinos naturales y sintéticos.

d) Aldehídos y Esteres: Estos compuestos se forman durante el proceso de añejamiento natural de los vinos.

e) Azúcares: El azúcar que normalmente se encuentra en los vinos es el de frutas o fructuosa. El contenido de azúcar en el producto varía ampliamente y se utiliza para clasificar los vinos. En los vinos generosos se suele agregar sacarosa al mosto, después de terminada la fermentación.

Vinos secos 5 - 6 gramos de azúcar/dm^3

Vinos semisecos 50 - 60 gramos de azúcar/dm^3

Vinos dulces más de 80 gramos de azúcar/dm^3

f) Acidos orgánicos: En el vino se encuentran dos clases de ácidos. Unos constituyen la acidez fija y los otros la acidez volátil. Los primeros son principalmente tartárico, cítrico, succínico, málico y láctico; los segundos comprenden los ácidos acético, fórmico, butírico y propiónico.

g) Taninos: Provienen directamente de la semilla de la uva. Es conveniente su contenido en cantidades moderadas ya que proporciona cierta astringencia a la bebida (vinos tintos).

h) Materias colorantes: Estas provienen normalmente de la uva y se conocen con el nombre de enocianina.

i) Gomas: Las gomas están constituídas por materias pépticas de origen vegetal. Determinan el gusto del vino e influyen sobre su densidad.

j) Sustancias Nitrogenadas: Estos compuestos se encuentran en forma de nitratos.

k) Sustancias minerales: El potasio es el principal elemento y se encuentra entre 1,5 y 3,0 mg/dm^3. El sodio y el magnesio también se encuentran presentes. No deben hallarse hierro, cinc, ni cobre. Normalmente se encuentran cloruros y sulfatos.

5.4 DEFINICIONES Y CLASIFICACIONES

Los tipos de vinos que se expenden en el comercio son numerosos, de suerte que ha sido necesario agruparlos con el objeto de poderlos clasificar.

El ICONTEC ha clasificado los vinos en: Vinos de mesa, vinos licorosos, generosos o de postre, vinos espumosos y gasificados y vinos de fruta.

En la siguiente Tabla se resumen las clasificaciones propuestas por este organismo.

TABLA 5.1 CLASIFICACION GENERAL DE LOS VINOS

Vino de mesa	Según su procedencia y tiempo de añejamiento	Fino Corriente Ordinario o Inferior
Vinos licorosos, generosos o de postre	Según su elaboración	Corriente Alcoholizado seco o dulce Alcoholizado y edulcorado
	Según su origen	De uva De otra fruta determinada Pasito De frutas (varias) De una región determinada
Vinos espumosos y gasificados	Según su origen	Champaña De otra región determinada
	Según su obtención	Licor de expedición, seco, semiseco, semidulce y dulce Natural o Bruto
	Vinos de Frutas	Abocado (semidulce agradable) Seco Añejo Espumoso Gasificado carbonatado Generoso o licoroso Compuesto Tipo Vermuth dulce o seco Quinado Sidra Perada

OTRAS CLASIFICACIONES

Por su Color	Blancos Tintos Clarete o rosado Amontillado
Por su contenido de azúcares	Secos Dulces Abocados

5.4.1 Vinos de Mesa

Se da el nombre de Vino de Mesa a los vinos que una vez terminados, es decir, convenientemente estabilizados, se destinan al consumo. Pueden ser o no, sometidos a proceso de añejamiento. Se distinguen tres categorías: Finos, corrientes y ordinarios o inferiores. Contienen generalmente 14° alcoholimétricos como máximo.

Los Finos provienen de cepas escogidas y que después de un añejamiento no inferior a dos años, han adquirido un conjunto completo y armónico de cualidades organolépticas típicas.

Los Corrientes son aquellos que han sido sometidos a un proceso de añejamiento no inferior a un año y cuyas características organolépticas no corresponden a las condiciones fijadas para los Finos.

Los Ordinarios o Inferiores son aquellos que proceden del orujo fermentado o del prensado, filtrado y centrifugado de borra; también aquellos que no han sido debidamente adecuados para prácticas permitidas y cuyo proceso de añejamiento se extendió por un período no inferior a 6 meses.

Según la Norma ICONTEC No. 1244 los vinos de mesa deben cumplir los requisitos analíticos que se muestran en la Tabla 5.2

TABLA 5.2 REQUISITOS PARA LOS VINOS DE MESA

Requisitos	Mínimos	Máximos
Alcohol etílico, en grados alcoholimétricos a 20°C	10	
Sacarosa, % en masa	Exento	
Azúcares reductores totales, en g/dm³	-	50
Acidez total expresada como ácido tartárico, en g/dm³	4,0	8,00
Acidez volátil expresada como ácido acético, en g/dm³	-	0,8
Identificación de colorantes artificiales	Negativo	
Sulfato como sulfato de potasio, en g/dm³	-	2,0
Anhídrido sulfuroso total, en g/dm³	-	0,35
Acido sórbico, en ppm	-	150
Cloruros como cloruro de sodio, en g/dm³	-	1,0
metanol, en %	-	0,1
Hierro como Fe, en ppm	-	5,0

5.4.2 Vinos Licorosos, Generosos o de Postre

Los vinos Licorosos, generosos o de postre son aquellos que proceden de la fermentación alcohólica del mosto de uvas o de frutas y que han sido encabezados o no con alcohol, siempre que el grado alcohólico proceda en su mayor parte de la fermentación del azúcar inicial del mosto y cuya riqueza alcohólica no sea inferior a 14° Gay Lussac.

Estos vinos se clasifican así:

a. Según su elaboración en:

- Vino licorosos, generoso o de postre

- Vinos licorosos, generosos o de postre alcoholizado que pueden ser secos o dulces

- Vino licoroso, generoso o de postre alcoholizado y edulcorado, con adición de azúcar, caramelo de uva, mistela o arrope.

b. Según su origen en:

- Vino licoroso o generoso de uva

- Vino licoroso o generoso de frutas se designa con el nombre de la fruta de la cual proviene o se denomina "de frutas" si proviene de varias.

- Vino licoroso o generoso con denominación de origen, es decir cuando se da el nombre de la región de origen de la vid. Se utiliza cuando se sabe que las vides de determinada zona dan vinos con características diferenciales, debidas al medio natural, su elaboración y crianza.

Estas clasificaciones se pueden combinar para diferenciar mejor el producto dando origen a denominaciones tales como:

- Vinos licorosos o generosos de uva
- Vinos licorosos de uva, con denominación de origen
- Vinos licorosos o generosos de fruta
- Vinos licorosos, generosos secos
- Vinos licorosos, generosos dulces

Las condiciones analíticas fijadas por el ICONTEC para estos productos son las siguientes (Norma 1470).

TABLA 5.3 REQUISITOS PARA LOS VINOS GENEROSOS O DE POSTRE

Requisitos	Vinos licorosos secos		generosos dulces	
	mín.	máx.	mín.	máx.
Contenido de alcohol (grado alcoholimétrico GL)	14°	24°	14°	24°
Acidez volátil expresada como ácido acético (g/100 cm^3) (Excluyendo el SO_2)	-	0,14	-	0,14
Acidez total expresada como ácido tartárico (g/100 cm^3) (Excluyendo el SO_2)	0,5	0,98	0,5	0,98
Azúcares reductores totales en g/dm^3	-	50	120	-
Extracto seco total en g/dm^3	10	-	130	-
Metanol en mg/dm^3	-	150	-	150

5.4.3 Vinos Espumosos y Gasificados

Definiciones

Vino espumoso o espumante es el que está embotellado a una presión no menor de 4 atmósferas a 20 °C y cuyo anhídrido carbónico proviene exclusivamente de una fermentación alcohólica en envase cerrado. Esta fermentación puede ser obtenida por la adición de sacarosa y levaduras seleccionadas.

Vino gasificado o carbonatado es el que ha sido adicionado con anhídrido carbónico puro, en el momento de ser embotellado.

Clasificación:

Los vinos espumosos se dividen:

Según su origen en espumosos de otra región y Champaña, que es el procedente de la región francesa de Champagne, producido bajo las normas francesas que regulan dicha denominación.

Según su obtención se pueden distinguir las denominaciones:

Licor de expedición, seco, semiseco, semidulce y dulce en cuya fabricación se permiten adiciones de sacarosa y vino y brandy de uva.

Natural o Bruto: Producto obtenido sin ninguna adición de las nombradas.

Según el ICONTEC (Norma 1588), estos vinos deben cumplir los siguientes requisitos.

TABLA 5.4 REQUISITOS PARA LOS VINOS ESPUMOSOS Y GASIFICADOS

	Vinos Requisitos espumosos		Vinos gasificados	
	mín.	máx.	mín.	máx.
Contenido de alcohol (grado alcoholimétrico GL)	10	13	10	13
Presión a 20 °C, en Pa	$4,053x10^5$	-	$4,053x10^5$	-
Acidez volátil expresada como ácido acético (g/dm^3)	-	1,2	-	1,2
Acidez total expresada como ácido tartárico (g/dm^3)	4,0	4,75	4,0	8,75
Extracto seco total en g/dm^3	12	30	12	30
Metanol en %	-	0,1	-	0,1
Anhídrido sulfuroso total en g/dm^3	-	0,10	-	0,10
Identificación de colorantes		NEGATIVO		

5.4.4 Vinos de Frutas

Definiciones:

Según el ICONTEC (Norma 708), se le da el nombre de vino de frutas a la bebida proveniente de mostos de frutas frescas, distintas de la uva, sometidos a la fermentación alcohólica y que han sufrido procesos semejantes a los exigidos para los vinos.

En el comercio se pueden encontrar los siguientes tipos de vinos de frutas:

Vino de Frutas Abocado: El que no puede clasificarse ni como seco ni como dulce y tiene un gusto semidulce agradable.

Vino de Frutas Seco: El que no contiene azúcar sin fermentar o contiene muy poca.

Vino de Frutas Añejo: El que tiene como mínimo dos años de añejamiento.

Vino de Frutas Extra Añejo: El que tiene más de cinco años de añejamiento.

Vino de Frutas Espumoso: Aquel que se expende en botella a una presión no inferior a $4,05 \times 10^5$ Pa a 20 °C y cuyo anhídrido carbónico proviene exclusivamente de una segunda fermentación alcohólica en envase cerrado. Esta fermentación puede ser obtenida por la adición de sacarosa.

Vino de Frutas Gasificado o Carbonatado: Aquel cuya efervescencia se obtiene por incorporación de anhídrido carbónico a vinos de frutas.

Vino de Frutas Generoso o Licoroso: El que tiene 13 ° alcoholimétricos o más, obtenido por mezcla de vinos de frutas con mistela de frutas o con mosto concentrado de frutas.

Los vinos de frutas generosos o licorosos presentan características semejantes a los productos con designaciones genéricas o geográficas podrán llevar palabras como "Tipo" o "Estilo" seguidos de la denominación correspondiente. Ejemplos: "Tipo Oporto", "Estilo Jerez", etc.

Vino de Frutas Compuesto: El que contiene no menos de 70% en volumen de vino de frutas, adicionado o no de alcohol, sustancias

amargas, estimulantes o aromáticas permitidas, azúcares o mosto concentrado. Se podrá emplear el caramelo como colorante.

Vinos de Frutas Tipo Vermuth: Vino de frutas compuesto, aromatizado con la mezcla de extractos de hierbas, especias y otros productos vegetales, con un contenido de alcohol comprendido entre 15° y 18° alcoholimétricos; fabricado de tal manera que el producto posea el gusto, aroma y características generalmente atribuidas al vermuth.

Vino de Frutas Tipo Vermuth Dulce: Vino de frutas tipo vermuth que tiene como mínimo 30 gramos o más de azúcar, expresados como azúcar invertido, por decímetro cúbico (g/dm^3) y un contenido de alcohol entre 15° y 18° alcoholimétricos GL. a 15 °C.

Vino de Frutas Tipo Vermuth Seco: Vino de frutas tipo vermuth que tiene menos de 30 gramos de azúcar, expresado como azúcar invertido por dm^3 y un contenido de alcohol comprendido entre 15° y 18° alcoholimétricos GL a 15 °C.

Vino de Frutas Quinado: Vino de frutas adicionado de la maceración o infusión de Quina calisaya o de tintura de quina.

Sidra: Bebida obtenida por fermentación alcohólica del mosto de manzana fresca industrialmente sanas, con adición o sin ella de mosto de pera, en una proporción no superior a 10 %. Puede gasificarse y edulcorarse con sacarosa posteriormente.

Perada: Bebida obtenida por fermentación alcohólica del mosto de peras frescas industrialmente sanas. Puede gasificarse y edulcorarse con sacarosa posteriormente.

Los requisitos que deben cumplir los vinos de frutas se resumen en la siguiente Tabla (ICONTEC N. 708)

TABLA 5.5 REQUISITOS PARA LOS VINOS DE FRUTAS

Requisitos	Máximos	Mínimos
Contenido de alcohol (grado alcoholimétricos GL)	18°	10°
Acidez volátil expresada como ácido acético ($g/100\ cm^3$) (Excluyendo el SO_2 y el CO_2)	0,14	
Acidez total expresada como ácido tartárico ($g/100\ cm^3$) (Excluyendo el SO_2 y el CO_2)	0,98	0,5
Metanol en mg/dm^3	150	

5.4.5 Otras Clasificaciones

Los vinos se clasifican:

Por su color: En Blancos, tintos, claretes o rosados y amontillados.

Por su contenido de azúcar: En secos, dulces y abocados.

Los vinos blancos son obtenidos por fermentación de mostos de uvas blancas o de un mosto al cual se le han separado los orujos inmediatamente después de la expresión de la uva.

Los vinos rosados o claretes son obtenidos por fermentación de mostos de uvas tintas y han estado en contacto con los orujos durante pocas horas, hasta producir un color rosado característico.

Los vinos tintos son obtenidos de uvas tintas que han estado en contacto con los orujos durante dos o tres días.

Vinos amontillados, se les da este nombre a un tipo de vinos generosos, de color pálido y sabor a avellana, obtenidos por maduración en tinajas de barro.

Vinos secos: Son aquellos que no contienen azúcar sin fermentar o si la contienen, su cantidad es tan pequeña que no es perceptible por catación.

Vino dulce: Vinos que contienen una apreciable cantidad de azúcar sin fermentar.

Vinos abocados: Los que no pueden clasificarse ni como secos ni como dulces y cuyo gusto es agradable.

OTROS VINOS

Vino Pasito. Es el vino elaborado con base en uvas asoleadas o de uvas pasas.

5.5 MATERIAS PRIMAS UTILIZADAS EN COLOMBIA

Entre las variedades de uvas que se han logrado aclimatar, pero que son de cultivo limitado, podemos mencionar las siguientes:

La variedad Isabella, uva pequeña de color negro, bajo contenido de azúcares y rica en ácidos, por lo cual es necesario corregir los mostos cuando se usa esta variedad que es la más utilizada en la elaboración de vinos.

Las variedades Riviera y Champaña, uvas grandes, de color negro y blanco respectivamente, se usan para fabricar los vinos de mesa.

Entre las frutas distintas a la uva, se utilizan principalmente la naranja, el banano y la piña, que bien seleccionadas y con una fermentación adecuada dan los llamados Vinos de Frutas. El jugo de naranja da un vino blanco de buena calidad, pero su acidez es un poco alta.

También se consideran materias primas aptas para la fabricación de vinos y vinos de frutas, según las normas colombianas:

a. Los mostos de frutas producidos en el país cuya concentración en azúcares fermentescibles no sea inferior a 105 g/dm^3 de azúcares reductores totales.

b. Los mostos de frutas importados, concentrados de frutas, de uva o de uva sulfitado.

c. Las uvas pasas.

5.6 PROCESO DE FABRICACION

El proceso de fabricación del vino puede esquematizarse en los siguientes pasos:

5.6.1 Selección de Materia Prima

Se inicia en la recolección a mano en el campo, comunmente llamada vendimia. La uva debe presentar el estado correcto de maduración. No debe estar sobremadura ni verde. Generalmente se prefiere la fruta madurada en la planta ya que presenta una mayor cantidad de azúcares y poca acidez. La variación de estos parámetros se debe controlar en el laboratorio.

5.6.2 Estrujado o Trituración de la Uva

En este proceso se rompen los frutos y se extrae el jugo. El procedimiento es mecánico y para el equipo el material más apropiado es el acero inoxidable. Este proceso se complementa con un prensado mediante el cual se separa el zumo de los hollejos y de las raspas.

El zumo prensado constituye el mosto, compuesto principalmente por agua, azúcares glucosa y fructuosa, ácidos libres como el málico, tartárico y tánico; sales minerales como sulfatos y fosfatos, proteínas y materias colorantes como la enocianina o enina que se encuentra en las uvas negras.

5.6.3 Corrección del Mosto

Antes de someter el mosto a la fermentación, a veces es necesario corregirlo si es pobre en azúcares o si la acidez es excesiva. Para lo primero se permite "chaptalización" ideada por Chaptal, la cual consiste en la adición de sacarosa o glucosa dentro de determinados límites con el fin de aumentar el grado alcohólico. Estos azúcares pueden adicionarse en forma de azúcar seco, jarabes, mostos concentrados, arropes o mistelas.

Según las Normas colombianas en general no se permite la adición de azúcar a los caldos obtenidos con mostos importados o de uvas pasas. En la producción de vinos espumosos y gasificados, la adición de azúcares al mosto no debe sobrepasar el límite de 105 g/dm^3, expresados como azúcares reductores totales. En la fabricación de vinos de frutas, los mostos deben tener un contenido de azúcares totales reductores no inferior a 50 g/dm^3. Los mostos concentrados pueden diluirse hasta esta concentración antes de la fermentación, añadiendo agua potable. Si por el contrario los mostos son pobres en azúcar, se podrá añadir azúcar antes de la fermentación en una proporción máxima de 160 g/dm^3.

Como la acidez del mosto tiene mucha importancia en la fermentación, para un buen trabajo de las levaduras se permite bajarla por medio del enyesado que consiste en precipitar los ácidos como sales de calcio. Cuando se parte de un mosto sulfitado, es necesario desulfitarlo, utilizando métodos físicos que no alteren sensiblemente sus cualidades. En la fabricación de vinos generosos o de postre se permite añadir al mosto infusiones de maceración de uvas, de ciruelas pasas o de otras frutas, de plantas aromáticas o de hierbas inocuas.

Las Normas colombianas permiten usar para esta corrección el tartrato de potasio y los carbonatos o bicarbonatos de potasio, magnesio o calcio de calidad U.S.P o su equivalente. Para una acidez baja es permitido aumentarla por adición de ácidos orgánicos, como tartárico para vinos blancos o una mezcla de tartárico y cítrico para los vinos tintos.

5.6.4 Fermentación

5.6.4.1 Fermentación Tumultuosa

Una vez corregido el mosto se pasa a las cubas destapadas de fermentación, en donde se mantiene durante una semana a una temperatura de 15 a 25 °C. Durante este proceso actúan espontáneamente las levaduras naturales, *Saccharomyces ellipsoides* y *Saccharomyces apiculatus*, que se encuentran originalmente en la superficie del fruto y transforman el azúcar en alcohol y anhídrido carbónico, el cual se desprende de una forma tumultuosa arrastrando a la superficie las sustancias sólidas, por lo cual hay que tener cuidado de sumergirlas con alguna frecuencia para tener una fermentación adecuada. Las Normas colombianas permiten la adición de levaduras, cultivadas o no, así como la adición de nutrientes para las levaduras tales como fosfato de amonio, fosfato de diamonio, sulfato de amonio, glicerofosfato de amonio, carbonato de amonio y vitaminas. El tiempo de fermentación está comprendido entre 15 y 30 días, según el tipo de vino que se desea obtener.

5.6.4.2 Segunda Fermentación

Esta se efectúa cuando se trata de la obtención de vinos secos, con el objeto de agotar el azúcar presente. Se prefiere efectuarla en toneles para evitar el riesgo de la acidificación.

Consiste en separar el vino obtenido del orujo y someterlo a fermentación secundaria, para transformar en alcohol el azúcar que hubiera podido quedar. Durante esta fermentación lenta, que se efectúa a una temperatura de 20 °C, se van depositando las llamadas heces del vino, constituidas por tartrato doble de sodio y potasio (cremor tártaro), levaduras, hollejos, etc, las cuales se separan por trasiegos. Durante estos, el alcohol etílico se va combinando con los ácidos presentes para formar ésteres entre los que predomina el acetato de etilo. Los ésteres producen buena parte del "bouquet" de los vinos.

5.6.5 Clarificación

Se acostumbra agregar al vino sustancias clarificantes tales como albúmina de huevo, gelatina, sangre, etc, con el objeto de darle brillo y limpidez. Estas sustancias reaccionan con algunos componentes del vino como el tanino y otras sustancias, produciendo una precipitación. Otros clarificantes tales como el caolín y la tierra de infusorios actúan mecánicamente arrastrando las impurezas. Es importante tener en cuenta que estas sustancias no comuniquen al vino sabores o aromas extraños de orden patológico o pútrido, como lo prescribe la Norma ICONTEC 223.

5.6.6 Filtración

Para eliminar las sustancias anteriores, se efectúa su separación por medio de distintos tipos de filtros (de tela, celulosa, porcelana, etc).

5.6.7 Correcciones

En algunos casos se acostumbra "encabezar" el vino para aumentar su graduación alcohólica. Según las normas colombianas, los vinos cuyo grado alcohólico sea mayor a 8° alcoholimétricos, pueden ser encabezados en el producto terminado. La adición de alcohol no puede ser superior a 70 cm^3/dm^3 para vinos licorosos y para vinos de frutas, ni a 30 cm^3/dm^3 para vinos de mesa y vinos espumosos.

A los vinos pálidos se les puede corregir el color por adición de caramelo. No se permite ningún otro colorante natural o artificial.

Los vinos oscuros pueden ser decolorados con carbón puro o negro animal y vegetal. En la fabricación de vinos espumosos y gasificados, no se permite la adición de sustancias estabilizadoras de espuma, ni ningún colorante natural o artificial. Puede sin embargo, adicionarse el llamado "licor de expedición".

Se permite la eliminación de sabores u olores extraños utilizando sustancias naturales tales como aceites comestibles, harina de mostaza o carbón activado.

En la fabricación de vinos de frutas, no se permite la adición de aromas artificiales, ésteres o esencias que procedan del vino o sean completamente ajenos a él. Estos vinos además, deben estar libres de insectos, parte de los mismos o de sus formas evolutivas, de microorganismos o de cualquier entidad capaz de alterar el producto. Deben resistir sin alterarse una incubación de 48 horas en estufa a 37 °C.

5.6.8 Añejamiento

Una vez almacenado el vino en recipientes cerrados, las reacciones de transformación continúan; los productos de esta son aldehídos, ésteres y ácidos, los cuales le comunican al vino su sabor y su aroma propios.

Los recipientes son usualmente toneles de madera, almacenados en sitios frescos durante el tiempo de añejamiento.

Finalmente el producto se embotella y se envía a los expendedores.

5.7 CONSERVACION DE LOS VINOS

Para conservarlos, evitando el desarrollo de diferentes microorganismos, se siguen dos procedimientos:

a. Pasteurización: Consiste en someter el producto a una temperatura d e 60°C por dos minutos. Se deja enfriar y se envasa en toneles de madera esterilizados o en botellas de vidrio.

b. Azufrado: El anhídrido sulfuroso (SO_2) es el antiséptico utilizado, ya sea en forma de gas o en solución para desinfectar las cubas, las bodegas y los envases.

Para estabilizar los mostos paralizando la fermentación alcohólica, se inyecta a estos anhídrido sulfuroso o más corrientemente se les agrega metabisulfito de potasio, el cual, al descomponerse da origen a un 50 % de anhídrido sulfuroso, el cual ayuda también a la conservación del vino. Según las Normas colombianas, el contenido de anhídrido sulfuroso total no debe ser mayor a 350 p.p.m, de las cuales se permite no más de 100 p.p.m. de anhídrido sulfuroso libre.

El uso de otros preservativos como benzoato o p-hidroxibenzoatos alcalinos (nipagín, nipasol), salicilatos, fluoruros y boratos, está prohibido. Se permite la adición de sorbato de potasio, especialmente a los vinos dulces; el contenido de ácido sórbico o sus sales no deben sobrepasar las 150 p.p.m. expresadas como ácido sórbico. También se considera normal la presencia de ácido ascórbico o sus sales, en una cantidad máxima de 150 p.p.m. expresada como ácido ascórbico.

5.8 ALTERACIONES, ADULTERACIONES, DEFECTOS Y ENFERMEDADES EN LOS VINOS

Llamamos defectos del vino a aquellas desviaciones en su composición, que son susceptibles de ser corregidas. Pueden ser naturales o adquiridas.

Llamase enfermedad de un vino aquella desviación en su composición que no puede corregirse.

Las Normas colombianas definen como vinos defectuosos a los vinos y vinos de frutas que presenten alteraciones en su constitución, debidas a faltas o excesos naturales de algunos de sus componentes o fenómenos físicos o químicos producidos sin la intervención de microorganismo vivo alguno. Prescriben también que dichos vinos no se pueden expender sin haber efectuado antes la corrección correspondiente.

5.8.1 Defectos Naturales

5.8.1.1 Vinos Pobres en Etanol

Los que presentan un contenido menor de 12 ° GL, es decir, menos de 12 % de alcohol en volumen.

Estos son vinos con poca fuerza. Este defecto puede adquirirse después de embotellado y por eso hay que prevenirlo añadiendo etanol suficiente antes de añejamiento. A esta práctica se le da el nombre de "encabezado".

Puede corregirse mezclando con otros vinos ricos en etanol. El máximo grado alcohólico permitido actualmente en Colombia es de 18° GL.

5.8.1.2 Vinos con Escasa Acidez Fija

Estos vinos están condenados a sufrir enfermedades. Un vino con una acidez fija normal tiene sabor fresco, excelente buqué y color fijo y agradable. Esta acidez normal previene al vino de quiebras de color y de cualquier enfermedad microbiana; además los ácidos presentes actúan como precipitantes y ayudan a la clarificación del producto. La escasa acidez fija se corrige añadiendo ácido cítrico y de preferencia el tartárico, el cual precipita tartratos, o también mezclando el vino defectuoso con uno rico en dicha acidez.

Con respecto a la acidez fija podemos decir que un vino es: Pobre cuando contiene menos de 4,5 g/dm^3 de ácido tartárico, rico con un contenido de 10-11 g/dm^3 de ácido tartárico y adecuado cuando contiene de 5-6 g/dm^3 del mismo.

5.8.1.3 Vinos con Excesiva Acidez Fija

Esta acidez es fácil de corregir en el mosto, añadiendo carbonatos de calcio o de potasio o tartrato neutro de potasio.

El $CaCO_3$ y el tartrato deben usarse únicamente en la corrección de mostos, pues producen enturbiamientos y alteran el color natural del vino. Sin embargo, lo más aconsejado para corregir este defecto es mezclarlo con vinos que presenten el defecto contrario.

Algunas personas diluyen el vino con agua y le añaden azúcar. A este proceso se le da el nombre de "gallización".

5.8.1.4 Vinos con Mucho Color o con Poco Color

Para los vinos con mucho color, se emplea la decoloración con clarificantes animales como la sangre desfibrinada. También se usa para este proceso una filtración por carbón vegetal. El tratamiento con SO_2 decolora algo pero con el tiempo el producto vuelve a oscurecerse.

Para aumentar el color de los vinos se añade caramelo. Este producto uniformiza el color aun cuando no lo cambia. Hay que tener en cuenta que si está mal preparado inicialmente, puede aportar furfural que es tóxico.

5.8.1.5 Vinos con Mucho Extracto o con Poco Extracto

Los vinos con mucho extracto provienen de frutas muy maduras, o que han sido sometidas a extracción a altas temperaturas.

Vinos con poco extracto son aquellos que provienen de frutas pobres en acidez y azúcar.

Los dos defectos se corrigen por mezclas o cortes con vinos que los equilibren. Además los vinos pobres pueden enriquecerse con tartrato de potasio.

5.8.1.6 Vinos muy Astringentes o Poco Astringentes

La astringencia proviene de los taninos que se encuentran en las semillas y el escobajo.

Un vino con alto contenido de taninos es demasiado astringente y muy áspero al paladar. El sabor astringente debe tener un valor óptimo como aquel que se obtiene en los vinos procesados por el pisado de las uvas con los pies.

Los vinos muy astringentes se corrigen añadiéndole gelatina, leche o albúmina, las cuales precipitan los taninos formando dispersiones coloidales.

Los de baja astringencia se corrigen añadiéndoles "taninos puros al éter o al alcohol".

5.8.2 Enfermedades y Defectos Adquiridos

5.8.2.1 Vinos muy Dulces

Son los obtenidos con una fermentación deficiente debida a las materias primas o por falta de aire o agitación. Son vinos pobres en alcohol.

Se corrigen mezclándolos con vinos secos o sometiéndolos a refermentación con levaduras seleccionadas. Cuando se presentan vinos dulces con suficiente alcohol se pueden corregir también por mezclas.

5.8.2.2 Vinos con Sabores Extraños

Se presentan con sabor a moho, a madera, a cemento, etc. Este defecto se debe a la mala selección de la materia prima o a que el proceso se efectuó en cubas viejas, o en recipientes poco limpios o mal curados, o al uso de tapones mal lavados.

Se puede corregir extrayendo los sabores con aceites vegetales debidamente tratados, que flotan, y son fácilmente separables o con tierras de infusorios absorbentes.

5.8.2.3 Avinagramiento

Una de las principales alteraciones del vino es debido a la oxidación del alcohol a la presencia de microorganismos como *Micodema aceti* causante del "picado" del vino, es decir, de la producción de ácido acético que ya en una proporción de 1,2 gramos por litro de vino, le comunica el sabor característico de este ácido.

Esta enfermedad puede detectarse por el análisis de acidez volátil. Si en esta determinación se obtienen valores de 0,6 a 1,2 g/dm^3 el vino debe quedar en observación; entre 1,2 y 2 g/dm^3 el vino tiende a vinagre y para valores mayores el vino se considera avinagrado y enfermo.

Se han ideado numerosos métodos para corregir los vinos que sufren esta enfermedad, pero o resultan demasiado costosos o no son aplicables industrialmente.

Lo más práctico es desechar el vino o dejar que se convierta en vinagre.

A los fermentos solubles se atribuye el enturbiamiento blanco, pardo y azul de los vinos; este último puede ser debido también a la oxidación de los compuestos de hierro; los vinos llamados enfermos de manita, son aquellos que al sufrir un cambio de temperatura producen, a expensas de los gérmenes anaerobios, pequeñas cantidades de manita y ácidos láctico y acético.

Entre las adulteraciones más frecuentes tenemos el aguado y el uso de colorantes para uniformar el aspecto. Es de advertir que entre

nosotros el único colorante permitido es el caramelo de azúcar, como ya se dijo.

5.9 ANALISIS DEL VINO

5.9.1 Objetivo

El análisis de un vino puede encaminarse a los siguientes fines:

a. Establecer su valor comercial. En este caso tendrá gran importancia el examen de sus caracteres organolépticos y la determinación de algunos de los principales componentes como por ejemplo alcohol, extracto, azúcares (para los vinos dulces), acidez, colorantes.

b. Establecer si el vino es normal o ha sufrido alteraciones por defecto de las materias primas empleadas (uvas malas, no maduras, invadidas de parásitos, etc), o por prácticas enológicas erróneas, o por conservación defectuosa. En este caso además del examen organoléptico y del examen microscópico se deberá recurrir a la determinación de los componentes normales del vino.

c. Establecer si el vino ha sido adulterado de modo que no se pueda admitir como genuino. La adulteración puede afectar a los componentes naturales del vino y entonces es necesario reconocer si estos componentes están contenidos en los límites justos y normales y en las proporciones correspondientes al tipo de vino que se examina, o bien puede ser debida a la adición de algunas sustancias admitidas en las prácticas racionales de enotecnia, pero en dosis superiores a las toleradas o a la adición de algunas sustancias totalmente extrañas. En estos casos será necesario recurrir a las determinaciones de glicerina, de la acidez volátil, de las cenizas y su alcalinidad, del SO_2, de los ácidos orgánicos, taninos, colorantes, fosfatos, cloruros, azúcares y sustancias extrañas, ácidos minerales libres y metales pesados como Ca y Ba.

Si de algunas de las determinaciones mencionadas resulta la no genuinidad del vino, es superfluo continuar el análisis.

5.9.2 Muestra para Análisis

La cantidad de muestra necesaria para un análisis corriente es de un dm^3. Si se han de efectuar algunas investigaciones especiales será necesaria más muestra, proporcional a la naturaleza de los análisis que se le van a realizar.

Puesto que la mayoría de las determinaciones rutinarias para vinos y licores son semejantes, serán discutidas conjuntamente.

5.9.3 Densidad Aparente y Extracto Total

La determinación de la densidad aparente, que se realiza en la muestra original utilizando cualquiera de los métodos usuales, es útil para poder calcular el extracto total en los vinos, por vía indirecta. Con este dato y el de la densidad del destilado, se puede calcular el extracto total por cálculo (Ver Guía de Laboratorio).

El método directo para la determinación del extracto y que consiste en la eliminación de las sustancias volátiles, a partir de un volumen dado de muestra, es largo y dispendioso, razón por la cual se ha reemplazado por el método indirecto, que siendo un poco menos preciso, es suficiente para el análisis de rutina. La norma ICONTEC No. 67 describe el método usual para esta determinación y la No. 73 el método de arbitraje. Se aplica principalmente en el análisis de vinos, cuyo residuo está constituido por glicerina, taninos, bitartrato de potasio, colorantes y pequeñas cantidades de azúcares; a veces se aplica también en los aguardientes compuestos. En los alcoholes rectificados y en los demás aguardientes esta determinación no se hace, debido a que el residuo fijo es muy pequeño.

5.9.4 Cenizas y Alcalinidad de las mismas

Las cenizas están constituidas principalmente por sales de potasio, sodio, magnesio, calcio, aluminio e hierro, provenientes de los ácidos carbónico, tartárico, fosfórico, sulfúrico, clorhídrico y silícico. Esta determinación, necesaria en el análisis de vinos, se efectúa a partir de la muestra original, la cual se lleva a sequedad y se calcina a una temperatura de 500 - 550 °C, pues a mayor temperatura se volatilizan los compuestos de potasio y de fósforo. Para evitar el desbordamiento de la espuma formada, se pueden añadir unas gotas de aceite de oliva y calentar suavemente al principio.

Cuando se dificulta la volatilización completa de la masa carbonosa, es útil adicionar al residuo, después de enfriamiento, unas gotas de agua, la cual se elimina por calentamiento al baño maría, antes de continuar la calcinación hasta peso constante. La alcalinidad de las cenizas es debida principalmente a los carbonatos formados durante la calcinación de las sales orgánicas del vino, especialmente al bitartrato de potasio. La determinación se lleva a cabo volumétricamente, por alcalimetría. Las normas ICONTEC No. 68 y No. 69 describen el procedimiento oficial para estas determinaciones.

5.9.5 Acidez Total

Está constituida por ácidos orgánicos fijos (tartárico, málico, láctico y succínico) y ácidos volátiles (acético, fórmico, butírico y propiónico). El ácido carbónico se debe eliminar antes de efectuar la valoración de la acidez total. La norma ICONTEC No. 65 describe el método oficial.

5.9.6 Acidez Fija

Puede determinarse por acidimetría, después de eliminar por evaporación los ácidos volátiles. Por diferencia entre la acidez total y la fija se obtiene la acidez volátil.

5.9.7 Acidez Volátil

Puede también determinarse esta y por diferencia con la total obtener la acidez fija. Para determinarla en forma muy exacta, se debe proceder a efectuar una destilación por arrastre con vapor sobre un volumen determinado de la muestra, titulando el destilado con una solución alcalina valorada. En la práctica corriente puede utilizarse una parte alícuota de la solución que se obtiene destilando directamente una muestra medida del producto, en donde pasan todas las sustancias volátiles. El destilado así obtenido y llevado a un volumen preciso nos va a servir para determinar, además:

5.9.8 Grado Alcohólico

Según la norma ICONTEC No. 74 el grado alcohólico es el volumen de alcohol etílico contenido en 100 cm^3 de bebida alcohólica a 20 °C. En la práctica se expresa en alcohol etílico, aun cuando se mide el conjunto de alcoholes volátiles y ésteres.

Se determina indirectamente deduciéndolo del peso específico o directamente con los alcoholímetros. Se trata de un producto que no contenga cantidades sensibles de materia fijas (casi ningún residuo a la evaporación) y si no existen cantidades notables de materias volátiles extrañas al alcohol etílico y al agua, como ácidos, álcalis volátiles y aceites esenciales, se pueden determinar el peso específico sobre el líquido sin preparación especial.

En cambio, si se trata de una bebida alcohólica que contenga cantidades apreciables de sustancias extrañas, es necesario eliminarlas antes de determinar su peso específico, siendo la forma más fácil por destilación. La norma ICONTEC No. 74 describe el método volumétrico.

5.9.8.1 Cálculo de Grado Alcohólico

Determinado el peso específico, por picnómetro, del alcohol o del destilado referido al volumen primitivo, se deduce el porcentaje de etanol mediante tablas especiales.

Si el peso específico fue determinado sobre el líquido, la Tabla 5.2 da el porcentaje directamente. Si se determinó sobre el destilado, diluido hasta el volumen primitivo, el porcentaje de alcohol en volumen y los g/100 cm^3 se leen directamente; y por fin, las cantidades halladas se duplican si el destilado se diluyó hasta un volumen doble de la alícuota original.

El alcohol (porcentaje en peso) del líquido primitivo se halla aplicando la siguiente fórmula:

$$x = \frac{K\,g}{0{,}999154\,s}$$

donde:

x = g de alcohol/100 g de licor
K = dilución efectuada en la destilación
g = g alcohol/100 cm^3 destilado
s = peso específico del producto
0,999154 = peso de 1 cm^3 de agua a 15 °C

5.9.8.2 Determinación del Grado Alcohólico con los Alcoholímetros

El más usado es el de Gay Lussac graduado a 15 °C, el cual da alcohol en volumen (cm^3 de etanol en 100 cm^3 del líquido a 15 °C). Antes de emplear un alcoholímetro debe limpiarse y secarse cuidadosamente, sumergirlo en el líquido colocado en una probeta y manteniendo a la temperatura deseada, agitando cuidadosamente para expulsar el aire adherente. (Figura 5.1)

Se deja libre hasta que se sitúe en posición de equilibrio y se lee el punto de emergencia.

Cuando la lectura no se ha podido hacer a la temperatura normal a que fue graduado el instrumento, solo se obtiene el grado aparente del alcohol a la temperatura dada.

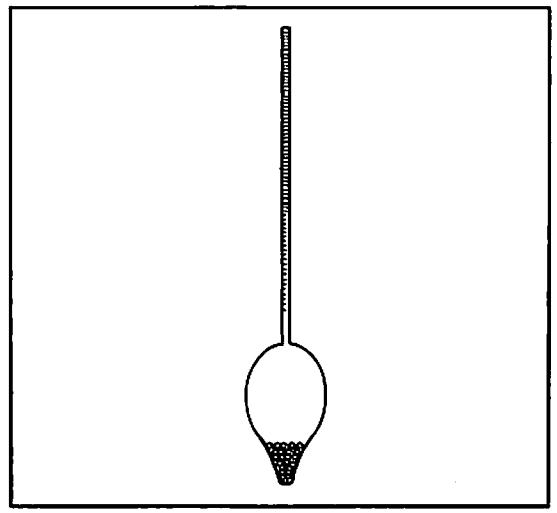


Figura 5.1. Alcoholímetro

Para deducir el grado real se emplean tablas de correlación apropiadas, por ejemplo:

TABLA 5.6 CORRECCIONES PARA CALCULAR EL GRADO ALCOHOLICO A DIFERENTES TEMPERATURAS

Grado aparente señalado por el alcoholímetro					
T °C	1	5	10	15	20
Grado real a la temperatura normal					
10	1,4	5,5	10,7	16,1	21,7
11	1,13	5,4	10,6	15,9	21,4
12	1,2	5,3	10,5	15,7	21,1
20	0,5	4,4	9,3	14,0	18,6

5.9.9 Metanol

Normalmente en los mostos fermentados se encuentran pequeñas cantidades de alcohol metílico. Muchas veces es necesario determinarlo cuantitativamente, ya que pasado determinado límite de tolerancia, el metanol es de gran toxicidad. Su determinación se lleva a cabo con mucha precisión por cromatografía de gases.

5.9.10 Esteres

Los ésteres, que resultan de la combinación de los ácidos con los alcoholes y a los que se debe, como ya vimos, el aroma especial del vino, se determinan principalmente en esta bebida alcohólica, expresándolos en acetato de etilo que es el predominante. Al tratar una alícuota del destilado con un exceso conocido de un hidróxido alcalino, en determinadas condiciones, se verifica la siguiente reacción:

El exceso de álcali se titula con un ácido mineral, a la vez que se conduce un blanco en las mismas condiciones. La diferencia entre los cm^3 de ácido gastados en la titulación del blanco y los consumidos para neutralizar el exceso de álcali en la muestra del destilado, corresponden a la cantidad de hidróxido alcalino que ha intervenido en la reacción.

5.9.11 Aldehídos

Los aldehídos que se encuentran normalmente en el vino son: El aldehído acético, el fórmico y el acetal y también pequeña cantidad de homólogos superiores. Para su identificación se utiliza el reactivo de Schiff (solución de fucsina decolorada con anhídrido sulfuroso), el cual desarrolla un color rojo en presencia de los aldehídos. Esta reacción se utiliza también para la determinación cuantitativa. En el A.O.A.C. aparece un método yodométrico que se basa en la propiedad que tienen los aldehídos de adicionar bisulfito de sodio. Al agregar una solución conocida de este reactivo a otra que contenga aldehídos, la reacción de adición se verifica en corto tiempo y el exceso de bisulfito se titula con un exceso conocido de una solución valorada de yodo. El exceso de este se valora, a su vez, con una solución de la misma concentración de tiosulfato de sodio. Al mismo tiempo se hace un blanco reemplazando el destilado de la muestra por alcohol purísimo diluido hasta obtener la misma graduación alcohólica del producto que se analiza. La diferencia en cm^3 de tiosulfato gastado en la muestra y el consumido por el blanco, corresponde a los aldehídos presentes. A.O.A.C. 11.057/84.

5.9.12 Furfural

Este aldehído, que es bastante tóxico, puede encontrarse en el vino en pequeñas cantidades o puede provenir del caramelo de azúcar si se ha usado este para colorearlo, ya sea que este colorante esté mal

preparado o que no se haya tenido la precaución de diluir suficientemente la muestra de vino antes de destilarlo, con los cual se produce el furfural por caramelización de los azúcares. Para su determinación cuantitativa se aprovecha la coloración roja que desarrolla en presencia de una solución ácida de clorhidrato de anilina. El método A.O.A.C. 9.066/70 describe su determinación en el U.V. a 277 nm.

5.9.13 Azúcares

Su determinación se efectúa ordinariamente en las bebidas alcohólicas fermentadas, especialmente en los vinos dulces y en las bebidas malteadas. En algunos casos se encuentran solamente azúcares reductores (azúcar invertido); en otros existe también sacarosa. Se han propuesto métodos polarimétricos y métodos químicos para su determinación. El A.O.A.C. 11.019/84 es muy utilizado.

Cuando hay sacarosa y azúcares reductores, el método más práctico para la determinación de la sacarosa es el polarimétrico, que se basa en efectuar una lectura polarimétrica antes y otra después de la inversión de la sacarosa, en la solución azucarada, previamente clarificada. Aplicando la conocida fórmula de Clerget se obtiene el porcentaje de sacarosa verdadera.

Entre los métodos químicos, el más conocido se basa en la reducción del reactivo de Fehling por los azúcares reductores, con formación de óxido cuproso, previa neutralización y eliminación del alcohol. El método es aplicable tanto para la determinación de los azúcares reductores presentes como para la sacarosa, siempre que se haga una inversión de esta con ayuda de un ácido (ácido clorhídrico), o por la invertasa. En esta forma se determinan en una alícuota de la solución azucarada, y ya clarificada, los azúcares reductores antes de la inversión y en otra alícuota los azúcares totales después de la inversión. En este caso, es necesario neutralizar primero la acidez. El reactivo clarificante es, generalmente, el acetato neutro de plomo, pero es necesario precipitar el exceso de este con un sulfato u oxalato alcalino y separarlo por filtración.

Puede hacerse la determinación volumétricamente, utilizando una solución del reactivo de Fehling valorada contra un azúcar reductor (glucosa en el caso del vino, lactosa en el de la leche), ya que el método es de amplia aplicación. Puede operarse también gravimétricamente, filtrando y pesando el óxido cuproso y por medio de Tablas específicas (Tabla 2.8) calcular los azúcares reductores con base en los miligramos de óxido obtenido. La determinación es más precisa si se oxida el Cu_2O a CuO calcinándolo a 1000 °C, pero hay que

pesar rápidamente porque el óxido cúprico es higroscópico. Se obtiene todavía mayor exactitud reduciendo el óxido cuproso a cobre metálico y pesándolo como tal, o disolviendo el óxido cuproso en ácido acético o nítrico y determinando el cobre por yodometría. (Ver las Tablas para el cálculo de azúcares en el Capítulo 2)

5.9.14 Anhídrido Sulfuroso Libre

El anhídrido sulfuroso libre proviene, generalmente, del metabisulfito de potasio usado para paralizar la fermentación alcohólica del vino. Para la determinación del SO_2 libre se puede seguir el método descrito en el A.O.A.C., el cual se funda en la oxidación del SO_2 en medio sulfúrico, por medio de una solución conocida de yodo. Debe tenerse en cuenta que el gas se oxida con gran facilidad en presencia del aire, por lo cual debe ser determinado inmediatamente después de abrir el recipiente y sin filtrar el vino. El método A.O.A.C. 11.074/84 propone una transformación hasta $SO_4^=$ y titulación con NaOH o precipitación con $BaCl_2$.

5.9.15 Anhídrido Sulfuroso Combinado

Ripper fue el primero en aplicar al análisis de vinos la propiedad de los álcalis de liberar ácido sulfuroso combinado, que permite su valoración total con yodo, una vez acidulado. El método se puede aplicar también a todos los alimentos sólidos y líquidos que se dispersen en agua. Así, el método que se describe en la Guía de Laboratorio, puesto en marcha por Potter para la determinación de SO_2 en col deshidratada, se aplica fácilmente a otros muchos alimentos.

5.9.16 Colorantes

Ya hemos visto que el único colorante que está permitido entre nosotros es el caramelo de azúcar, cuya determinación se encuentra descrita en el A.O.A.C 11.050/70. o 960.16/90

Para la investigación de colorantes artificiales se pueden seguir distintos métodos cromatográficos (de columna y de capa delgada). Son también muy cómodos los métodos de Arata, Girard y König. El de Arata, que es el más usado, revela la presencia de colorantes artificiales de naturaleza ácida; el de Girard para algunos de naturaleza ácida y para los de naturaleza básica y el de König para los básicos. Los dos primeros se basan en la fijación del colorante en lana blanca desengrasada; en el método de König, después de fijar el colorante en la lana, esta se trata con un álcali para disolverla. El colorante se extrae finalmente con éter etílico.

5.9.17 Contenido Calórico de los Vinos

Según el A.O.A.C. 11.022/84 o 979.07/90, el contenido calórico en un vino puede calcularse según la fórmula

Calorías=6,9x0,794x % alcohol por volumen + 4 x (g azúcar/100 cm^3) + 2,4 x (g de extracto libre de azúcar/100 cm^3)

donde :

6,9 =caloría/g alcohol

0,794 =densidad del etanol

4 =calorías/g de azúcar

2.4 =calorías/extracto libre de azúcar

5.10 AGUARDIENTES Y LICORES

5.10.1 Introducción

Los aguardientes se obtienen por fermentación y destilación de materias primas determinadas, de acuerdo con el producto que se quiera preparar. Así, el Cognac es un aguardiente que resulta de la destilación del vino y que toma su nombre de la región geográfica donde se produce. El Brandy, que es el mismo producto, obtenido en otros lugares. El Ron que proviene de las melazas de la caña de azúcar. El Kirsch cuya materia prima es la cereza. La Vodka que se obtiene a partir de cereales o de la papa. El Whisky que proviene también de cereales, lo mismo que la Ginebra; el mosto con el cual se prepara esta última se destila en presencia de bayas de enebro.

5.10.2 Aguardiente de Caña

En Colombia se da el nombre de Aguardiente a la bebida alcohólica incolora, obtenida por destilación especial de mostos de zumos de caña de azúcar o de sus derivados sometidos a la fermentación alcohólica. Es un aguardiente compuesto cuyo sabor y aroma han sido modificados por la adición de aromatizantes, edulcorantes y colorantes de uso permitido. En nuestro país el más común es el obtenido de la fermentación de melazas al cual se le añade azúcar y esencia de anís.

Según su contenido de azúcares, se encuentran en el mercado aguardiente tipo seco, que no tiene adición de azúcares, semi-seco cuyo contenido de azúcares es menor de 50 g/dm^3 y dulces con

contenidos entre 51 y 250 g/dm³, según lo especifica la Norma ICONTEC 410.

Los aguardientes de caña en Colombia deben cumplir con los siguientes requisitos químicos, según la Norma citada:

TABLA 5.9 REQUISITOS PARA EL AGUARDIENTE DE CAÑA

REQUISITOS	MINIMO	MAXIMO
Alcohol etílico (Grados alcoholimétricos a 20 °C)	34	45
Azúcares totales, en g/cm³, expresados como sacarosa	-	250
Metanol, en mg/dm³ de alcohol anhidro	-	300
REQUISITOS	MINIMO	MAXIMO
Total de impurezas volátiles (Aldehidos, ácidos, ésteres, furfural y alcoholes superiores), expresados en mg/dm³ de alcohol anhidro	250	3.000

5.10.3 RON

Según la Norma ICONTEC No. 278, el ron es el aguardiente obtenido por destilación de mostos fermentados del zumo de la caña de azúcar o sus derivados y subproductos, no privado de los principios aromáticos a los cuales debe sus características específicas, madurado en recipientes de madera adecuada, en tal forma que al final posea el gusto y el aroma que le son característicos. Se considera que un ron es añejo o viejo cuando ha sido sometido a un proceso de maduración mínimo de tres años; el extraviejo debe dejarse madurar por lo menos 5 años. En caso de mezcla de rones de diferente edad, se considera como edad de la mezcla, la del más joven, sin tener en cuenta su proporción.

En su elaboración se permite la adición del colorante de azúcar. No se permite añadir ningún edulcorante artificial ni de esencias o saborizantes que tiendan a sustituir el añejamiento natural. Además es necesario evitar el almacenamiento en recipientes de hierro que puedan contaminarlo o modificar sus características.

Según la Norma ICONTEC citada, el ron deberá cumplir con los requisitos indicados en la tabla 5.10 en donde las cantidades están

expresadas en mg/dm³ de alcohol anhidro, con excepción del alcohol etílico que está expresado en grados G.L. a 15 °C o tanto por ciento en volumen a 15 °C y del extracto seco que está expresado en g/dm³ de producto.

Los rones destinados a granel podrán tener un grado alcohólico superior al indicado en la siguiente Tabla.

TABLA 5.10 REQUISITOS PARA EL RON

Características	Mínimos	Máximos
Alcohol etílico (grados alcoholimétricos)	35	48
Acidez total, expresada como ácido acético	-	2.000
Acidez volátil, expresada como ácido acético	-	1.600
Esteres, expresados como acetato de etilo	100	10.000
Aldehidos, expresados como aldehído acético	-	200
Furfural	-	60
Metanol	-	300
Congéneres	150	-
Extracto seco, entre 100 y 105 °C	-	10,0
Aceite de fusel, como alcohol amílico	-	3.000
Cobre, expresado como Cu	-	8
Hierro, expresado como Fe	-	1,0

Tolerancias expresadas en mg/dm³ de alcohol anhidro con excepción del alcohol etílico.

Se da el nombre de **Congéneres** a los elementos volátiles naturales, diferentes de los alcoholes etílico y metílico contenidos en el ron.

5.10.4 Ginebra Compuesta

La ginebra compuesta es un liquido transparente, incoloro o de color ambar claro , de olor y sabor caracteristicos obtenido por la aromatización del alcohol neutro con maceraciones, destilados o aceites de bayas de enebro, con adición o sin ella de sacarosa y sustancias aromáticas.

El Instituto Colombiano de Normas Técnicas ICONTEC, prescribe en su Norma No. 300 las caracteristicas que debe cumplir esta bebida alcohólica, las cuales se resumen en la Tabla 5.11

TABLA 5.11 REQUISITOS PARA LA GINEBRA COMPUESTA

Características	Mínimos	Máximos
Alcohol etílico (grados alcoholimétricos)	39	50
Azúcares totales, g/dm³, expresados como sacarosa	-	5
Contenido total de impurezas volátiles (ésteres, aldehídos, acidez total, aceite de fusel) en mg/dm³ de alcohol anhidro	50	100
Furfural, g/dm³ de alcohol anhidro	-	0,000
Extracto seco, g/dm³	-	5

5.10.5 Whisky

El whisky no es de fabricación común en Colombia pero debido a que existe consumo, el ICONTEC dispuso la Norma No. 917 que lo define y especifica sus caracteristicas así:

Es el aguardiente obtenido por destilación especial de mosto proveniente de malta, adicionada o no de otros granos y sometido a un proceso de añejamiento no inferior a tres años en recipientes de roble, en tal forma que al final posea el gusto y el aroma que le son característicos.

En su elaboración solo se permite la adición de colorante de caramelo de azúcar. No se permite la adición de ningún otro edulcorante, saborizante ni aromatizante que pueda imitar su sabor.

Se permiten las mezclas de whiskys más viejos con jóvenes, pero la edad que se considera para expenderlo es la del más joven.

La siguiente Tabla, tomada de la Norma citada, resume las caracteristicas que debe cumplir este producto en Colombia, las cantidades están expresadas en mg/dm³ de alcohol anhidro con excepción del alcohol etílico y el pH.

TABLA 5.12 REQUISITOS QUE DEBE CUMPLIR EL WHISKY

Requisitos	Mínimos *	Máximos *
Alcohol etílico (grados alcoholimétricos a 20 °C)	40	50
Acidez total, expresada como ácido acético		700
Acidez volátil, expresada como ácido acético	-	1400
Alcoholes superiores, expresados como alcohol amílico	-	2720
Aldehídos, expresados como aldehído acético	-	2000
Furfural	-	80
Esteres, expresados como acetato de etilo	-	1000
Extracto seco total, 100 a 105 °C	-	3,5
Metanol	-	300
pH	4,5	

*Tolerancias expresadas en mg/dm³ de alcohol anhidro, con excepción del alcohol etílico y el pH.

5.10.6 Licores

Finalmente se hablará de los licores, que son bebidas alcohólicas aromatizadas con esencias o zumos de plantas y que pueden contener o no azúcares.

Se denominan también aperitivos y se obtienen por mezclas de destilados, infusiones, maceraciones de sustancias vegetales amargas o aromáticas estimulantes del apetito. Los extractos se pueden mezclar con alcohol natural, agua, vino, vino de frutas o mistelas y pueden edulcorarse con sacarosa, glucosa, mosto, miel; su graduación alcohólica no debe exceder los 24 °G.L.

En la preparación de todos ellos solo se permite la adición de extractos o esencias de origen natural. En cuanto a colorantes se permite la adición de los clasificados como seguros por la F.D.A. cuando necesiten tonos imposibles de dar con caramelo.

5.10.6.1 Clasificación

El ICONTEC en su Norma 1245 fija las definiciones, su clasificación y las condiciones que deben cumplir dichos productos así:

Cuando se adiciona vinos de frutas en proporción no inferior a las 3/4 partes en volumen toman el nombre de aperitivos vínicos.

Se clasifican en:

-Vinos compuestos que son aquellos en los que predomina el carácter estimulante de las hierbas; un ejemplo de estos es el vermuth.

-Aperitivos amargos o bitters, son aquellos en los cuales se acentúa el sabor amargo de las hierbas.

-Aperitivos aromatizados o saborizados en los cuales predomina una fruta, sustancia aromática o materia prima que justifique la designación.

-Coctel: Aperitivo hecho con bebidas alcohólicas con o sin amargos, edulcorado o no y con diversos componentes aromáticos.

-Aperitivos especiales

Aperitivos no vinicos, adicionados de productos alimenticio orgánicos como el sabajón y el ponche.

Sangría, bebida preparada con vino tinto en proporción de 50 a 74 %, agua carbonatada o natural, azúcar, esencia o extracto de limón o naranja y canela.

Entre los licores sin azúcar mencionaremos el ajenjo, producto peligroso por su toxicidad. Entre los que contienen azúcar tenemos las cremas de licor que se acostumbra consumir después de las comidas y que se obtienen en unos casos por maceración de diversas plantas como el Benedictino y el Chartreuse, cuyo secreto de fabricación guardan celosamente los religiosos de estas órdenes. El Curacao obtenido de la maceración de la corteza de naranja. El Cointreau que contiene el aceite esencial de la misma fruta. La menta que proviene de la menta piperita, etc, caracterizados por llevar cantidades considerables de sacarosa.

5.10.7 ANALISIS DE AGUARDIENTES Y LICORES

Todos los productos hasta ahora enumerados, al igual que el alcohol etílico empleado como materia prima para elaborarlos, contienen una serie de componentes que les son comunes, de suerte que el análisis de ellos se lleva a cabo utilizando los mismos métodos analíticos.

El control de calidad comprende las determinaciones de contenido de alcohol, acidez, ésteres, aldehídos (especialmente furfural), metanol y alcoholes superiores. Estos últimos se determinan por cromatografía de gases.

En algunos casos hay que determinar la presencia de desnaturalizantes y de colorantes artificiales distintos al caramelo de azúcar. En el caso del Kirsch y de otros licores obtenidos de frutas cuyas semillas contienen amigdalina, la cual se desdobla produciendo ácido cianídrico, es indispensable su control analítico debido a la toxicidad de este ácido, si se encuentra en cantidades mayores de 0,50 por 1.000. También en estos productos es necesario investigar los edulcorantes artificiales, principalmente la sacarina con la cual pueden sustituir la sacarosa debido a su alto poder edulcorante.

En los Estados Unidos, Inglaterra y otros paises, se expresa la concentración alcohólica en grados Proof. Cien grados Proof corresponden a 50% de alcohol en volumen a 60°F. Por tanto se puede calcular esta graduación para cada bebida alcohólica, multiplicando por 2, su concentración alcohólica expresada como porcentaje en volumen a la temperatura estándar.

5.11 GUIA DE LABORATORIO. VINOS

5.11.1 Toma y Preparación de la Muestra

Si la muestra se toma en la fábrica, es necesario mezclar bien el líquido en el recipiente (Toneles de muchos hectolitros) y extraerlo con ayuda de un sifón a alturas diferentes, uniendo después las porciones tomadas y homogenizando bien la muestra final, que puede ser 750 cm^3 a 1 litro y envasándola en un recipiente hermético. Las recomendaciones anteriores son necesarias, pues en el tonel se forman estratificaciones que pueden variar de peso específico y de graduación alcohólica; si se desea obtener una muestra única del producto repartido en diversos recipientes, se toman muestras separadas de cada uno, siguiendo las instrucciones anteriores y cuidando que sean proporcionales a los respectivos contenidos; luego se mezclan bien. La muestra final para el análisis debe ser, por lo menos, de 750 cm^3 (1 botella).

5.11.2 Examen Organoléptico

Deben examinarse el color, la limpidez, el olor y el sabor. La degustación, hecha por una persona debidamente entrenada, puede dar indicios de mucha importancia sobre la calidad del producto y constituye el complemento necesario del análisis químico. Ver la publicación de Mahecha G. para mayor ilustración sobre el particular.

Un ensayo para el olor: Verter en una copa una pequeña cantidad del líquido con la que se mojan las paredes y eliminar luego el exceso, cubrir la copa con una hoja de papel y dejar hasta el día siguiente. Entonces oler el residuo. Así se perciben los perfumes agregados.

La limpidez se aprecia observando la transparencia en un vaso de cristal bien terso. Además se observa si por adición de agua resulta emblanquecimiento o enturbiamiento.

5.11.3 Densidad Aparente

A.O.A.C. 11.002/84. 920.56/90, adaptado

Determinar en la muestra original, (filtrando si es necesario), con ayuda de un densímetro, pero es preferible efectuar la determinación con un picnómetro, el cual se pesa vacío; después se pesa lleno de agua, colocándolo previamente en un baño de agua a 20 °C donde se deja por media hora, cuidando secarlo cuidadosamente antes de pesarlo; se reemplaza el agua por la muestra y se pesa, tomando las mismas precauciones. Dividiendo el peso de la muestra por el peso del agua se obtiene la densidad aparente.

5.11.4 Extracto Total. (Aplicable a vinos y otros productos ricos en azúcares)

5.11.4.1 Método Directo

A.O.A.C. 11.017/84(b) adaptado

En una cápsula de vidrio o de porcelana de tamaño adecuado, colocar unos 5 g de arena pura y calcinada y un pequeño agitador. Pasarla a una estufa y calentar a 100 - 105 °C hasta peso constante. Agregar a la cápsula 25 cm^3 de muestra, medidos con una pipeta, mezclar bien el conjunto y evaporar a sequedad en un baño maría; pasarla a la estufa y calentar a 70 °C hasta peso constante, después de dejarla enfriar en un desecador. La diferencia de peso en las dos operaciones dará el peso del extracto en la alícuota tomada. Multiplicando este valor por 4 se obtiene el porcentaje del extracto total en 100 cm^3 de muestra.

5.11.4.2 Método Indirecto

A.O.A.C. 11.017/84(a). 920.62/90. Adaptado

Llamando D_v a la densidad aparente del producto y D_a a la densidad del destilado, aplicar la siguiente fórmula:

$$P = 1 + D_v - D_a$$

Con el valor obtenido calcular el porcentaje de extracto total utilizando la Tabla de Windish, Tabla 5.7 que se encuentra al final.

5.11.5 Cenizas

A.O.A.C. 11.023/84. 920.67/90 Adaptado

En una cápsula previamente pesada, medir 25 cm^3 de muestra y evaporar al baño maría; terminar la desecación colocando la cápsula sobre una malla y calentar cuidadosamente con una pequeña llama, hasta principio de carbonización. Pasarla a una mufla y continuar la calcinación a 500 °C hasta peso constante. Multiplicando por 4 el valor obtenido, se tiene el porcentaje de cenizas en 100 cm^3 de la muestra.

5.11.6 Alcalinidad de la Cenizas

A.O.A.C. 11.024/84. 920.68/90. Adaptado

Reactivos:

Solución de HCl 0,1 N

Solución de NaOH 0,1 N

Indicador de metilnaranja o metilpúrpura. Disolver 100 mg del indicador en 60 cm^3 de etanol y diluir hasta 100 cm^3 con agua.

Pasar las cenizas a un vaso de precipitados con ayuda de agua caliente; agregar 2 gotas de solución de metilnaranja o metilpúrpura y 50 cm^3 de ácido sulfúrico 0,1 N. Hervir suavemente por 5 minutos, agitando con frecuencia, dejar enfriar y titular el exceso de ácido con solución 0,1 N de NaOH. Expresar la alcalinidad en cm^3 de álcali 1 N por 100 cm^3 de vino. Puede expresarse también como carbonato de potasio o como cm^3 de H_2SO_4 0,1 N requeridos para neutralizar las cenizas de 100 cm^3 de muestra.

5.11.7 Acidez Total

A.O.A.C. 11.042/84. 962.12/90 Adaptado

Reactivos:

Solución de NaOH 0,05 N (20 gdm^{-3})

Indicador de fenolftaleína al 1 % en etanol de 96°

Pasar unos 200 cm^3 de agua recientemente hervida y neutralizada, a una cápsula de porcelana o a un erlenmeyer; agregar 10 cm^3 de vino blanco o 5 cm^3 de vino oscuro.

Titular en caliente con solución 0,05 N de hidróxido de sodio (NaOH) en presencia de fenolftaleína. Anotar el volumen gastado. Calentar la solución de vino hasta cerca del punto de ebullición. Si hay anhídrido carbónico proveniente del vino, desaparece el color rosado. Continuar la titulación hasta obtener el punto final verdadero. Expresar los resultados en porcentaje de ácido tartárico o de ácido láctico.

1 cm^3 de NaOH 0,05 N = 0,00375 g de ácido tartárico = 0,0045 g de ácido láctico.

5.11.8 Acidez Fija

Propuesto en el laboratorio de análisis aplicado. Departamento de Química U. N.

Reactivos:

Solución de NaOH 0,05 N

Indicador de fenolftaleína al 1 % en etanol de 96°.

Medir 50 cm^3 de vino y pasarlos a una cápsula; evaporar hasta sequedad en el baño maría; agregar unos 20 cm^3 de agua destilada neutralizada y volver a evaporar; repetir 2 veces más la operación para asegurarse de la eliminación completa de los ácidos volátiles. Disolver el residuo en unos 100 cm^3 de agua y titular la acidez fija con solución 0,05 N de hidróxido de sodio en presencia de fenolftaleína. Calcular la acidez fija en porcentaje de ácido tartárico o láctico, según el caso y obtener por diferencia la acidez volátil. Por cálculo expresar esta en ácido acético.

1 cm^3 de NaOH 0,05 N = 0,0030 g de ácido acético.

5.11.9 Acidez Volátil

A.O.A.C. 11.043/84. 964.08/90. Adaptado

Para análisis muy exactos, hacer una destilación por arrastre con vapor, utilizando 50 cm^3 de vino. Titular el destilado con solución de hidróxido de sodio 0,05 N en presencia de fenolftaleína. Expresar los resultados en ácido acético. Para obtener la acidez fija, transformar, por cálculo, el porcentaje del dato obtenido en ácido tartárico o láctico y restar esta cifra de la acidez total.

Para análisis de rutina se puede determinar la acidez volátil sobre una alícuota del destilado del vino.

5.11.10 Alcohol Etílico

A.O.A.C. 11.005/84, 920.57/90 adaptado

Medir 250 cm^3 de muestra en un matraz aforado. Pasar el líquido a un balón de destilación fraccionada; enjuagar el matraz varias veces con agua, utilizando unos 50 cm^3 y agregar las aguas de lavado al balón de destilación. Enlazar este con un refrigerante vertical a cuyo

extremo se ha añadido un tubo de vidrio estirado en punta, el cual se introduce casi hasta el fondo, en el matraz que se usó para medir la muestra y que debe contener una pequeña cantidad de agua destilada, de tal manera que la punta del tubo quede sumergida, con el objeto de evitar pérdidas de las sustancias volátiles al hacer la destilación. Destilar suavemente regulando la ebullición del líquido con unas perlas de vidrio o unos pedacitos de piedra pómez. Suspender la destilación cuando se haya recibido en el matraz unos 200 cm^3 del destilado. Lavar el refrigerante y el tubo de vidrio con pequeñas cantidades de agua, recibiéndolas en el mismo matraz; completar casi el volumen con agua; colocar el matraz en un baño de agua a 20 °C por media hora; enrasar. Determinar la densidad del destilado con un picnómetro. Calcular el porcentaje de alcohol en volumen por medio de la Tabla 5.8. Reservar el destilado para la determinación de ésteres y aldehídos.

5.11.11 Esteres

Método propuesto por Liebman y Scherl. Adaptado

Reactivos:

Solución de NaOH 0,05 N

Solución de HCl 0,05 N

Fenolftaleína al 1 % en etanol de 96°

Medir 50 cm^3 del destilado y colocarlos en un erlenmeyer de 500 cm^3. Neutralizar la acidez con solución de NaOH 0,05 N y agregar un exceso de 25 cm^3 exactamente medidos. Calentar el erlenmeyer con su contenido en un baño maría por dos horas, cuidando de conectar a la boca del matraz un refrigerante de reflujo o una varilla larga de vidrio, que haga sus veces. Conducir un blanco en las mismas condiciones, reemplazando el destilado por 50 cm^3 de alcohol purísimo diluido al grado alcohólico del producto que se analiza, o por el mismo volumen de agua destilada.

Después de fríos los dos matraces, titular el exceso de hidróxido de sodio con solución de ácido clorhídrico o sulfúrico 0,05 N, en presencia de fenolftaleína. La diferencia entre el volumen de ácido gastado en el blanco y el consumido en la muestra, corresponde a los ésteres.

1 cm^3 de solución 0,05 N = 4,4 mg de acetato de etilo.

5.11.12 Aldehídos

Determinación cualitativa

Reactivos:

Reactivo de Schiff:

Solución A: Disolver 200 mg de fuchsina* básica en 120 cm^3 de agua destilada caliente y dejar enfriar.

Solución B: Disolver 2 g de sulfito de sodio anhidro en 20 cm^3 de agua.

Mezclar la solución A con la B y añadir 2 cm^3 de HCl concentrado. Diluir a 200 cm^3 con agua y dejar en reposo por lo menos una hora en recipiente bien tapado.

*Otros Nombres de la fuchsina: Magenta I; Violeta básico 14; clorhidrato de rosanilina .

Procedimiento: Para la investigación cualitativa, colocar unos 10 cm^3 del destilado en un tubo de ensayo y agregar 2 cm^3 del reactivo de Schiff. Una coloración roja inmediata, demuestra la presencia de aldehídos.

Para la determinación cuantitativa pueden seguirse dos métodos:

a. Método colorimétrico:

Utilizando como patrón una solución alcohólica de acetaldehído y operando en las mismas condiciones que para la determinación de furfural, que aparece en la Guía de Laboratorio para análisis de licores.

b. Método yodométrico:

A.O.A.C. 9.068/84 adaptado

Soluciones necesarias:

Solución 0,05 N de bisulfito de sodio ($NaHSO_3$). A.O.A.C. 32.035/70. Disolver 1.30 g de $NaHSO_3$ en 250 cm^3 de H_2O. Añadir 50 cm^3 de alcohol libre de aldehídos, mezclar y diluir con agua a 500 cm^3 en matraz aforado. Estandarizar contra la solución de yodo. Preparar fresca cada vez.

Solución de yodo 0,05 N. A.O.A.C. 45.019/70 adaptado. Disolver 6,35 g de yodo y 10 g de KI en 50 cm^3 de agua. Transferir la solución cuantitativamente a un matraz aforado de 1 dm^3. Diluir a volumen con H_2O y mezclar. Mantener en frasco oscuro con tapón de vidrio y reestandarizar cuando sea necesario.

Estandarización:

Solución patrón de óxido arsenioso 0,05 N: Pesar 2,47 g de As_2O_3 previamente secado a 105 °C por una hora. Disolver en 25 cm^3 de NaOH 1 N en un vaso de precipitados y con ayuda de calor. Añadir 25 cm^3 de H_2SO_4 1 N. Enfriar, transferir cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 dm^3 y diluir a volumen con agua. La solución debe ser neutra.

Normalidad = g de óxido arsenioso x 4000/cm^3 volumen final x 197,84

Transferir una alícuota de 25 cm^3 de la solución patrón de óxido arsenioso a un erlenmeyer de 250 cm^3. Acidificar ligeramente con unas gotas de ácido sulfúrico (1 + 10). Neutralizar con bicarbonato de sodio sólido, añadiendo 2 g de exceso. Titular con la solución de yodo usando indicador de almidón al 0,2 %. Saturar la solución con CO_2 al final de la titulación, añadiendo 1 cm^3 de H_2SO_4 (1 + 10), justo antes de llegar al punto final.

N de I = cm^3 As_2O_3 x N As_2O_3/ cm^3 I

Tiosulfato de sodio 0,05 N: Preparar por dilución de una solución 0,1 N preparada según se indica en la determinación de índice de peróxido en la Guía de Laboratorio para análisis de aceites.

Técnica

En un erlenmeyer de 250 cm^3 colocar 50 cm^3 del destilado y 25 cm^3 de la solución de bisulfito de sodio; dejar en reposo por media hora, agitando de vez en cuando; añadir 30 cm^3 de la solución de yodo y titular el exceso con la solución de tiosulfato, en presencia de almidón. Conducir un blanco en las mismas condiciones, reemplazando el destilado por 50 cm^3 de alcohol purísimo diluído al grado alcohólico del producto que se analiza, o por agua destilada. La diferencia entre el volumen de tiosulfato gastado en la muestra y el consumido en el blanco, corresponde a los aldehídos presentes. Expresar los resultados en formaldehído o en acetaldehído.

1 cm^3 de solución 0,05 N de tiosulfato de sodio = 0,75 mg de formaldehído = 1,1 mg de acetaldehído.

5.11.13 Azúcares Reductores

A.O.A.C. 11.019/84 adaptado

Método volumétrico de Fehling

Reactivos:

Soluciones Fehling:

Solución A de sulfato de cobre: Disolver 34,639 g de la sal pentahidratada de sulfato de cobre en agua destilada y completar a 500 cm^3 con agua.

Solución B: Disolver 173 g de sal de Rochelle (Tartrato doble de sodio y potasio) y 50 g de NaOH en agua. Diluir a 500 cm^3. Dejar dos días en reposo y filtrar a través de lana de vidrio.

Solución de azul de metileno: Disolver 0,2 g de indicador en 100 cm^3 de agua.

Solución patrón de azúcar: Disolver 0,5000 g de glucosa anhidra en agua destilada y completar a 100 cm^3 con agua en un matraz aforado.

Procedimiento

Colocar 200 cm^3 de muestra si se trata de un vino seco, 100 cm^3 si es un vino semiseco o 25 cm^3 si es un vino dulce, en una cápsula de porcelana, neutralizar exactamente con NaOH 1 N calculando la cantidad requerida de la acidez determinada previamente. Añadir agua hasta 200 cm^3 para las alícuotas menores. Evaporar en baño maría hasta 50 cm^3 para eliminar el alcohol. Dejar enfriar y pasar el líquido a un matraz aforado de 250 cm^3. Clarificar la solución en la siguiente forma: Diluir con unos 150 cm^3 de agua y agregar unos 5 cm^3 de solución saturada en frío de acetato neutro de plomo; agitar y dejar en reposo. Agregar 2 cm^3 más del reactivo y observar si se forma más precipitado, en tal caso, seguir agregando solución de acetato por pequeñas porciones, hasta que no se produzca más precipitado. Completar el volumen con agua destilada, agitar y dejar en reposo una media hora. Filtrar por decantación por papel plegado seco y recibir el filtrado en un vaso seco. Agregar al filtrado, por pequeñas porciones,

oxalato o sulfato de sodio anhidros, hasta que no se forma más precipitado. Filtrar en la misma forma anterior. Reservar el filtrado para el análisis.

Pipetear 5 cm^3 exactos de cada una de las soluciones Fehling en erlenmeyer de 400 cm^3. Diluir con 40 cm^3 de agua. Calentar la mezcla hasta ebullición y mantenerla así durante 2 minutos (puede utilizarse un material inerte para regular la ebullición). Añadir la solución patrón de azúcar rápidamente desde una bureta hasta coloración rojiza.

Añadir 1 cm^3 de indicador de azul de metileno y continuar añadiendo pequeñas porciones de solución azucarada hasta decoloración del indicador. Todo el procedimiento de titulación debe hacerse a la temperatura de ebullición y máximo en 2 minutos. Es necesario hacer previamente titulaciones de tanteo.

Determinar el título de la solución de fehling expresado en gramos de glucosa por 10 cm^3 de solución. Repetir el procedimiento descrito con la solución azucarada del producto.

Calcular el contenido de azúcares como gramos de glucosa/100 cm^3 de vino.

5.11.14 Anhídrido Sulfuroso Libre

A.O.A.C. 20.131/84. 940.20/90 adaptado

Reactivos:

Solución de yodo 0,02 N

Acido sulfúrico 1:3

Carbonato de sodio

Indicador de almidón al 1%

Procedimiento:

Medir 50 cm^3 de vino y pasarlos a un erlenmeyer; diluir con 100 cm^3 de agua destilada. Acidular con 5 cm^3 de solución de ácido sulfúrico. Agregar 2 cm^3 del indicador y 0,5 g de carbonato de sodio (para desalojar el aire).

Titular inmediatamente con la solución de yodo, hasta que el color azul del punto final permanezca por lo menos dos minutos.

1 cm^3 de solución de yodo 0,02 N = 0,64 de SO_2

5.11.15 Anhídrido Sulfuroso Combinado. Método de Potter

5.11.15.1 Adaptado a vinos por el prof. Luis E. Gaviria. Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Colombia.

En dos vasos de precipitados (A y B) colocar 50 cm^3 de vino y diluir con 100 cm^3 de agua. Añadir 5 cm^3 de NaOH 5 N, agitar suavemente para evitar la entrada de aire en la disolución y dejar en reposo 20 minutos. En A agregar 7 cm^3 de HCl 5 N y 1 cm^3 de solución de almidón al 1 %. Valorar rápidamente con yodo 0,05 N, obteniendo así la capacidad total de reducción de yodo.

En B determinar el material reductor que no sea sulfito, para lo cual tratar la muestra como en A, con álcali y ácido, pero inmediatamente después de acidular añadir 2 cm^3 de peróxido de hidrógeno al 3 % para oxidar los sulfitos a sulfatos. Agregar almidón y valorar con yodo 0,05 N obteniéndose así la capacidad reductora de las sustancias distintas a los sulfitos.

La diferencia entre A y B da el SO_2 combinado en la muestra. Relacionar a 100.

1 cm^3 de solución de yodo 0,05 N = 1,6 mg de SO_2.

5.11.16 Glicerina

La determinación de la glicerina tiene importancia para deducir si un vino ha sido alcoholizado puesto que en la fermentación alcohólica regular hay formación simultánea de alcohol y glicerina, desde un mínimo de 7 g hasta un máximo de 14 g por cada 100 g de alcohol; si se introducen los valores:

a = alcohol en g/ 100 cm^3 de vino y

g = glicerina en g/ dm^3 en la fórmula,

Se tiene

x = (100 x g)/ (a x 10) o sea la llamada razón x entre glicerina y alcohol, que deberá ser superior a 7 en los vinos no alcoholizados. Su

determinación se efectúa según el método A.O.A.C 11.007 y 11.015 y 11.016/84 o 11.010 y 11.011/70 o 920.60 Y 920.61/90

5.11.17 Colorantes Artificiales

Los métodos descritos a continuación son útiles para la investigación de colorantes en los vinos tintos.

5.11.17.1 Ensayo de Arata (para colorantes de carácter ácido). (Métodos aplicados en el laboratorio de análisis de alimentos. Departamento de Química U. N. Tomados de Villavechia.)

Hervir suavemente en un matraz, 100 cm^3 de vino hasta reducirlos a un tercio de su volumen. Agregar 2 a 3 cm^3 de HCl al 10 % y 0,5 g de lana blanca desengrasada previamente con éter y continuar hirviendo por 5 minutos.

Retirar la llama, separar el líquido sin dejar caer la lana y lavarla varias veces con agua fría. Verter sobre esta 100 cm^3 de agua acidulada con HCl, hervir por 5 minutos, decantar el líquido y repetir el lavado hasta obtener un agua incolora después de ebullición. Lavar luego repetidamente la lana con agua destilada fría para eliminar el líquido ácido, introducir en el matraz unos 50 cm^3 de agua y 10 gotas de amoníaco (D = 0,910) y hervir moderadamente por 10 minutos para disolver el color artificial que se haya podido fijar en la lana.

Decantar el líquido alcalino en otro matraz, diluir con un volumen igual de agua y hervir hasta que los vapores que se desprenden no huelan a amoníaco; dejar enfriar un poco y añadir gota a gota solución de ácido clorhídrico hasta que el líquido este ácido, pero evitando un exceso.

Introducir en el líquido una hebra de lana desengrasada de 10 a 15 cm de longitud y hervir 5 minutos. Si la lana, después de lavada con agua fría queda teñida de un color rojo bien perceptible, se puede asegurar que el vino fue teñido con colorantes orgánicos artificiales de carácter ácido (derivados azóicos y fuscinas sulfoconjugadas). Si la coloración es débil o incierta, tratar la lana con 50 cm^3 de agua y 10 gotas de amoníaco (D = 0,910) y operando como ya se dijo, fijar el color sobre un nuevo hilo de lana de 6 a 8 cm de longitud. Si aparece en esta un color rojo, por débil que sea, será indicio seguro de colorantes orgánicos artificiales.

En los vinos naturales muy coloreados, la segunda o tercera lana toma coloraciones amarillo-pardas que no deben ser tenidas en cuenta.

TABLA 5.7. TABLA DE WINDISH. CALCULO DEL EXTRACTO TOTAL

DENSIDAD RELATIVA CON DOS DECIMALES	TERCERA CIFRA DECIMAL DE LA DENSIDAD RELATIVA									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	GRAMOS DE EXTRACTO SECO POR dm3									
1,00		2,6	5,1	7,7	10,3	12,9	15,4	18,0	20,6	23,2
1,01	25,8	28,4	31,0	33,6	36,2	38,8	41,3	43,9	46,5	49,1
1,02	51,7	54,3	56,9	59,5	62,1	64,7	67,3	69,9	72,5	75,1
1,03	77,7	80,3	82,9	85,5	88,1	90,7	93,3	95,9	98,5	101,1
1,04	103,7	106,3	109,0	111,6	114,2	116,8	119,4	122,0	124,6	127,2
1,05	129,8	132,4	135,0	137,6	140,3	142,9	145,6	148,1	150,7	153,3
1,06	155,9	158,6	161,2	163,8	166,4	169,0	171,6	174,3	176,9	179,5
1,07	182,1	184,8	187,4	190,0	192,6	195,2	197,8	200,5	203,1	205,8
1,08	208,4	211,0	213,6	216,2	218,9	221,5	224,1	226,8	229,4	232,0
1,09	234,7	237,3	239,9	242,5	245,2	247,8	250,4	253,1	255,7	258,4
1,10	261,0	263,6	266,3	268,9	271,5	274,2	276,8	279,5	282,1	284,8
1,11	287,4	290,0	292,7	295,3	298,0	300,6	303,3	305,9	308,6	311,2
1,12	313,9	316,5	319,2	321,8	324,5	327,1	329,9	332,4	335,1	337,8
1,13	340,4	343,0	345,7	348,3	351,0	353,7	356,3	359,0	361,6	364,3
1,14	366,9	369,6	372,3	375,0	377,6	380,3	382,9	385,6	388,3	390,9
1,15	393,6	396,2	398,9	401,6	404,3	406,9	409,6	412,3	415,0	417,6
1,16	420,3	423,0	425,7	428,3	431,0	433,7	436,4	439,0	441,7	444,1
1,17	447,1	449,8	452,4	455,2	457,8	460,5	463,2	465,9	468,6	471,3
1,18	473,9	476,6	479,3	482,0	484,7	487,4	490,1	492,8	495,5	498,2
1,19	500,9	503,5	506,2	508,9	511,6	514,3	517,0	519,7	522,4	523,1
1,20	527,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-

TABLA DE INTERPOLACION

4a. CIFRA DECIMAL DE LA DENSIDAD RELATIVA	GRAMOS DE EXTRACTO SECO POR dm3	4a. CIFRA DECIMAL DE LA DENSIDAD RELATIVA	GRAMOS DE EXTRACTO SECO POR dm3	4a. CIFRA DECIMAL DE LA DENSIDAD RELATIVA	GRAMOS DE EXTRACTO SECO POR dm3
1	0,3	4	1,0	7	1,8
2	0,5	5	1,3	8	2,1
3	0,8	6	1,6	9	2,3

TABLA 5.8. CALCULO DEL GRADO ALCOHOLICO VINOS

Peso específico a 15°/15°C	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de Alcohol en 100 cm3	Peso específico a 15°/15°C	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de Alcohol en 100 cm3
0,9999	0,05	0,07	0,05	0,9949	2,79	3,49	2,77
8	0,11	0,13	0,11	8	2,84	3,56	2,82
7	0,16	0,20	0,16	7	2,90	3,64	2,88
6	0,21	0,27	0,21	6	2,96	3,71	2,94
5	0,26	0,33	0,26	5	3,02	3,78	3,00
4	0,32	0,40	0,32	4	3,08	3,85	3,05
3	0,37	0,47	0,37	3	3,14	3,93	3,12
2	0,42	0,53	0,42	2	3,19	4,00	3,17
1	0,48	0,60	0,47	1	3,25	4,07	3,23
0	0,53	0,67	0,53	0	3,31	4,14	3,29
0,9989	0,58	0,73	0,58	0,9939	3,37	4,22	3,35
8	0,64	0,80	0,64	8	3,43	4,29	3,40
7	0,69	0,87	0,69	7	3,49	4,36	3,46
6	0,74	0,93	0,74	6	3,55	4,43	3,52
5	0,80	1,00	0,80	5	3,60	4,51	3,58
4	0,85	1,07	0,85	4	3,66	4,58	3,64
3	0,90	1,14	0,90	3	3,72	4,65	3,69
2	0,96	1,20	0,96	2	3,78	4,73	3,75
1	1,01	1,27	1,01	1	3,84	4,80	3,81
0	1,06	1,34	1,06	0	3,90	4,88	3,87
0,9979	1,12	1,41	1,12	0,9929	3,96	4,95	3,93
8	1,17	1,48	1,17	8	4,02	5,03	3,99
7	1,23	1,54	1,22	7	4,08	5,10	4,05
6	1,28	1,61	1,28	6	4,14	5,18	4,11
5	1,34	1,68	1,33	5	4,20	5,25	4,17
4	1,39	1,75	1,39	4	4,26	5,33	4,23
3	1,45	1,82	1,44	3	4,32	5,40	4,29
2	1,50	1,88	1,50	2	4,39	5,48	4,35
1	1,56	1,95	1,55	1	4,45	5,55	4,41
0	1,61	2,02	1,60	0	4,51	5,63	4,47
0,9969	1,67	2,09	1,66	0,9919	4,57	5,70	4,53
8	1,72	2,16	1,71	8	4,63	5,78	4,59
7	1,78	2,23	1,77	7	4,69	5,86	4,65
6	1,83	2,30	1,82	6	4,75	5,93	4,71
5	1,89	2,37	1,88	5	4,81	6,01	4,77
4	1,94	2,44	1,93	4	4,88	6,09	4,83
3	2,00	2,51	1,99	3	4,94	6,16	4,89
2	2,05	2,58	2,04	2	5,00	6,24	4,95
1	2,11	2,65	2,10	1	5,06	6,32	5,01
0	2,17	2,72	2,16	0	5,13	6,40	5,08
0,9959	2,22	2,79	2,21	0,9909	5,19	6,47	5,14
8	2,28	2,86	2,27	8	5,25	6,55	5,20
7	2,34	2,93	2,32	7	5,32	6,63	5,26
6	2,39	3,00	2,38	6	5,38	6,71	5,32
5	2,45	3,07	2,43	5	5,44	6,79	5,38
4	2,50	3,14	2,49	4	5,51	6,86	5,45
3	2,56	3,21	2,55	3	5,57	6,94	5,51
2	2,62	3,28	2,60	2	5,63	7,02	5,57
1	2,68	3,35	2,66	1	5,70	7,10	5,64
0	2,73	3,42	2,72	0	5,76	7,18	5,70

Continúa

Continuación

Peso específico a 15°/15°C	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de Alcohol en 100 cm3	Peso específico a 15°/15°C	Alcohol por ciento en peso	Alcohol por ciento en volumen	Gramos de Alcohol en 100 cm3
0,9899	5,83	7,26	5,76	0,9849	9,28	11,50	9,13
8	5,89	7,34	5,83	8	9,35	11,59	9,20
7	5,96	7,42	5,89	7	9,42	11,68	9,27
6	6,02	7,50	5,95	6	9,50	11,77	9,34
5	6,09	7,58	6,02	5	9,57	11,86	9,42
4	6,15	7,66	6,08	4	9,65	11,95	9,49
3	6,22	7,74	6,14	3	9,72	12,05	9,56
2	6,28	7,82	6,21	2	9,80	12,14	9,63
1	6,35	7,90	6,27	1	9,87	12,23	9,70
0	6,41	7,99	6,34	0	9,94	12,32	9,78
0,9889	6,48	8,07	6,40	0,9839	10,02	12,41	9,85
8	6,55	8,15	6,47	8	10,10	12,50	9,92
7	6,61	8,23	6,53	7	10,17	12,59	9,99
6	6,68	8,31	6,59	6	10,25	12,69	10,07
5	6,75	8,40	6,66	5	10,32	12,78	10,14
4	6,81	8,48	6,73	4	10,40	12,88	10,22
3	6,88	8,56	6,79	3	10,48	12,97	10,29
2	6,95	8,64	6,86	2	10,55	13,06	10,36
1	7,02	8,73	6,93	1	10,63	13,16	10,44
0	7,08	8,81	6,99	0	10,71	13,25	10,52
0,9879	7,15	8,89	7,06	0,9829	10,78	13,34	10,59
8	7,22	8,98	7,12	8	10,86	13,44	10,66
7	7,29	9,06	7,19	7	10,94	13,53	10,74
6	7,36	9,15	7,26	6	11,01	13,63	10,81
5	7,42	9,23	7,33	5	11,09	13,72	10,89
4	7,49	9,32	7,39	4	11,17	13,82	10,96
3	7,56	9,40	7,46	3	11,25	13,91	11,04
2	7,63	9,48	7,53	2	11,33	14,01	11,12
1	7,70	9,57	7,60	1	11,40	14,10	11,19
0	7,77	9,66	7,66	0	11,48	14,20	11,27
0,9869	7,84	9,74	7,73	0,9819	11,56	14,29	11,34
8	7,91	9,83	7,80	8	11,64	14,39	11,42
7	7,98	9,91	7,87	7	11,72	14,48	11,49
6	8,05	10,00	7,94	6	11,80	14,58	11,57
5	8,12	10,09	8,00	5	11,88	14,68	11,65
4	8,19	10,17	8,07	4	11,96	14,77	11,72
3	8,26	10,26	8,14	3	12,04	14,87	11,80
2	8,33	10,35	8,21	2	12,12	14,97	11,88
1	8,41	10,43	8,28	1	12,20	15,07	11,96
0	8,48	10,52	8,35	0	12,28	15,16	12,03
0,9859	8,55	10,61	8,42	0,9809	12,36	15,26	12,11
8	8,62	10,70	8,49	8	12,44	15,36	12,19
7	8,69	10,79	8,56	7	12,52	15,46	12,27
6	8,76	10,88	8,63	6	12,60	15,55	12,34
5	8,84	10,96	8,70	5	12,68	15,65	12,42
4	8,91	11,05	8,77	4	12,76	15,75	12,50
3	8,98	11,14	8,84	3	12,84	15,85	12,58
2	9,06	11,23	8,91	2	12,92	15,95	12,65
1	9,13	11,32	8,98	1	13,00	16,04	12,73
0	9,20	11,41	9,06	0	13,08	16,14	12,81

5.11.17.2 Ensayo de Girard. (Para colorantes de carácter básico y para algunos de carácter ácido).

Neutralizar 50 cm^3 de vino con amoniaco al 10 % (D = 0,960), adicionar 5 cm^3 de este y pasar el liquido a un separador de unos 100 cm^3 de capacidad. Agregar 15 cm^3 de alcohol amílico y agitar suavemente para evitar una emulsión, por unos 10 minutos. Separar el alcohol, lavarlo 3 veces con agua, filtrarlo a través de un pequeño filtro seco y acidularlo con ácido acético. La aparición de una coloración roja, rojo-anaranjada o rosada, que aparezca antes o después de acidular, indica que el vino ha sido teñido con colores orgánicos artificiales solubles. No valen las ligeras coloraciones amarillas o amarillo-verdosas que eventualmente puedan aparecer.

5.11.17.3 Ensayo de König. (Para colorantes orgánicos de carácter básico)

Neutralizar 50 cm^3 de vino con amoniaco al 10 % (D = 0,960), agregar 5 cm^3 más, añadir aproximadamente 0,5 g de lana blanca desengrasada y hervir moderadamente hasta eliminar el alcohol y el exceso de amoniaco. Retirar la lana, lavarla con agua y pasarla a un tubo de ensayo que contenga 10 cm^3 de potasa cáustica al 10 % y calentar al baño maria hasta que la lana se disuelva. Dejar enfriar, pasar el liquido a un separador y extraer con la mitad de su volumen de éter, agitando moderadamente por 5 minutos. Separar la capa etérea, filtrarla por un pequeño filtro seco y acidular con ácido acético. Si el éter se colorea antes o después de la acidificación, el vino ha sido teñido con colorantes orgánicos artificiales de carácter básico.

5.12 GUIA DE LABORATORIO. AGUARDIENTES Y LICORES

5.12.1 Determinación de Metanol. A.O.A.C. 9.107/84. 972.11/90

5.12.1.1 Método Cromatográfico

Adaptado en la Cátedra de Análisis Instrumental. Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Colombia.

Equipo

Cromatógrafo de gases con detector de ionización por llama. Columna de acero inoxidable con Carbowax 20 M en sílice fundida, de 25 m x 0,2 mm x 0,2 m de espesor.

Parámetros aproximados

Temperatura de la columna 60 °C (isoterma)

Temperatura del detector y del inyector 180 °C

Flujo del gas de arrastre (He) 28 cm/seg

Ajustar los parámetros para la mejor separación y forma de pico. El más alto nivel de estandarización debe lograr completa separación en la línea base entre el etanol y el propanol.

Jeringa de 10µl Hamilton Co. No. 701 o equivalente.

Reactivos

-Alcohol. Grado U.S.P. libre de metanol.

-Solución patrón de metanol. Diluir 10 cm^3 de metanol al 99 %, a 100 cm^3 con alcohol al 40 %.

-Solución patrón de alcohol n-butílico. Diluir 10 cm^3 de n-butanol al 99,9 %, a 100 ccm^3 con alcohol al 40%.

-Solución patrón de metanol. 0,050 % de metanol más 0,030 % de n-butanol. Llenar con alcohol al 40 % hasta aprximadamente 99 cm^3 un matraz aforado de 100 cm^3 y añadir por medio de la jeringa 500µl de la solución patrón de metanol y 300µl de la solución patrón de n-butanol. Mezclar y diluir a volumen con alcohol de 40 %. Mezclar de nuevo.

Determinación:

Inyectar 1µl de solución patrón de metanol. Ajustar los parámetros de trabajo y atenuación, para obtener picos de altura medible de aproximadamente 1/4 de la escala de deflección. El tiempo de retención del metanol y del butanol son 3 y 12 minutos respectivamente.

Inyectar 1µl de la muestra para estimar el metanol, usando atenuación si es necesario y para chequear la ausencia del n-butanol. Basándose en la presencia o ausencia del butanol en la muestra, determinar el contenido de metanol a partir de la respectiva curva de calibración.

Curvas de Calibración

Para n-butanol ausente: Preparar una serie de patrones, 4 o 5, en un intervalo de concentraciones que incluya la concentración de la

muestra. Añadir a los patrones y a la muestra una cantidad de patrón interno equivalente a la concentración de metanol en la muestra. Calcular las razones de altura de pico de metanol: n-butanol, usando los promedios obtenidos de duplicados de inyección y graficar las relaciones contra las concentraciones de metanol.

Para n-butanol presente: Preparar series de patrones de metanol como se describió para n-butanol ausente, pero omitiendo la adición del patrón interno de n-butanol a la muestra y a los patrones. Graficar la altura de pico obtenida contra la concentración de metanol.

5.12.2 Determinación de Alcoholes Superiores. A.O.A.C. 9.091/84. 940.08/90

Método Cromatográfico. Adaptado en la Cátedra de Análisis Instrumental. Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad Nacional de Colombia.

Instrumento y Condiciones instrumentales:

Los mismos descritos para determinación de metanol.

Reactivos:

-Alcohol isobutílico. De la más alta pureza.

-Alcohol isoamílico. De la más alta pureza.

-Alcohol n-propi ico (n-PrOH). Grado reactivo, redestilado.

-Acetato de etilo (EtOAc) . Ragdo reactivo, redestilado.

-Alcohol n-butílico (n-BuOH). Grado reactivo, redestilado.

Soluciones patrón interno de n-butanol.

Para altos contenidos. Diluir 10 cm^3 de n-butanol a 100 cm^3 con alcohol al 40 %. 1 cm^3 de esta solución añadido a 100 cm^3 de muestra o de patrón equivale aproximadamente a 81 g de n-BuOH/100 dm^3.

Para bajos contenidos: Diluir 1 cm^3 de n-BuOH a 200 cm^3 con alcohol del 95 %. 1 cm^3 de esta solución añadido a 100 cm^3 de muestra o de patrón equivale aproximadamente a 4,1 g/100 dm^3.

Patrones de Trabajo

Soluciones patrón para altas concentraciones:

Colocar alicuotas de n-propanol, 1 cm^3 de alcohol isobutílico, 2 cm^3 de alcohol isoamílico y 1 cm^3 de EtOAc en un matraz aforado de 100 cm^3 y diluir a volumen con etanol al 40 %.

Patrón para concentraciones intermedias

Diluir con etanol al 40 %, 10 cm^3 de la solución anterior hasta 200 cm^3 en matraz aforado.

Soluciones de trabajo para altas concentraciones, que contiene en g/100 dm^3:

n-PrOH	40,2
alcohol isobutiílico	41,1
alcohol isoamílico	81,2
EtOAc	45,1

Diluir 5 cm^3 del patrón para altas concentraciones, a 100 cm^3 con alcohol al 40 %. Añadir 1 cm^3 de solución patrón interna de n-BuOH de alto contenido y mezclar. Preparar semanalmente.

Solución de trabajo para bajas concentraciones que contiene en g/100 dm^3:

nPrOH	2,0
alcohol isobutílico	2,1
alcohol isoamílico	4,1
EtOAc	2,3

Diluir 5 cm^3 del patrón para concentraciones intermedias a 100 cm^3 con etanol al 95 %. Añadir 1 cm^3 de solución patrón interno de BuOH de bajo contenido y mezclar. Preparar fresca cada semana.

Determinación

Hacer una inyección preliminar de 1 µl de muestra para determinar la presencia o ausencia de n-BuOH. Si está presente substraer su cantidad del n-BuOH total presente en los patrones. Añadir 1 cm^3 de patrón interno de n-BuOH de alto o de bajo contenido (dependiendo de la concentración de etanol y de EtOAc) sobre 100 cm^3 de muestra en matraz volumétrico y agitar.

Inyectar alícuotas de 1µl de la muestra y de las soluciones patrón por triplicado. Medir la altura de los picos para n-PrOH, alcohol isobutílico, alcohol isoamílico y EtOAc y calcular para cada uno, la relación altura del pico contra la del n-BuOH tanto en la muestra como en los patrones.

Graficar las relaciones contra las concentraciones en los patrones y determinar las concentraciones en la muestra.

La suma de las concentraciones de alcohol isoamílico e isobutílico es equivlente al llamado aceite de fusel.

5.12.3 Furfural

Métodos adaptados en la cátedra de análisis de alimentos. Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad Nacional Bogotá.

5.12.3.1 Determinación Cualitativa

En un tubo de ensayo colocar unos 10 cm^3 del destilado. Añadir 2 cm^3 de anilina recién destilada y 0,5 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado. Enfriar el tubo a unos 15 °C y dejarlo en reposo por 15 minutos. Una coloración roja ndica la presencia de furfural.

5.12.3.2 Determinación Cuantitativa

Reactivos:

Patrón de furfural: Disolver 1 gramo de furfural recién destilado en 100 cm^3 de alcohol purísimo (Patrón I).

Alcohol al 50 % en volumen

Anilina recién destilada

Acido clorhídrico (D = 1,125)

Procedimiento:

Elaboración de la curva de calibración: Tomar 1 cm^3 de la solución Patrón I y diluirla hasta 100 cm^3 con alcohol de 50 % (1 cm^3 = 0,1 mg de furfural).

Patrón II: Preparar 6 soluciones de 50 cm^3 cada una, empleando 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 cm^3 de la solución diluida; añadir a cada matraz

de 50 cm^3 que contiene el patrón II, 2 cm^3 de anilina y 0,5 cm^3 de ácido clorhídrico. Completar los volúmenes con alcohol de 50 %. Agitar y dejar en reposo por 15 minutos. Leer inmediatamente el color a 525 nm en un colorímetro apropiado. Graficar concentración contra absorbancia.

Tomar 20 cm^3 del destilado, añadir 2 cm^3 de anilina y 0,5 cm^3 de ácido clorhídrico y completar a 50 cm^3 en un matraz aforado; completar el volumen con alcohol de 50 %; dejar en reposo por 15 minutos y comparar el color tal como se hizo con los patrones. Calcular el contenido de furfural en gramos por 100 cm^3 de licor.

5.13 BIBLIOGRAFIA

MAHECHA, G. Evaluación Sensorial en el Control de Calidad de Alimentos Procesados. Ed. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1985.

MARECA C.I. Enologia. Zairos Z. Secc. I Tecnologia de Productos alimenticios. 1ª edición. Editorial Alhambra S.A., Madrid, 1969.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official Methods of Analysis of AOAC 14 ed. Washington D.C.P.O. Box Benjamin Franklin Station 1984.

AMERICAN SOCIETY OF BREWING CHEMISTS. Official Methods of Analysis of ASBC.

AMERINE M.A. y Ough C.S. Análisis de vinos y mostos. Editorial Acribia, Zaragoza, España, 1976.

VOGT E. Fabricación de vinos. Editoral Acribia, Zaragoza, España, 1978.

VILLAVECHIA V. Tratado de Química Analítica Aplicada. Ed. Gustavo Gili, Barcelona, España, 1964.

AUSTIN C. The Science of wine University of London Press St Paul's House Warwick Lane, London EC4, 1968.

LIEBMAN y SHERL, Ind. Eng. Chem. 41, 535 (1949)

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS. ICONTEC. Bebidas alcohólicas. Método usual para determinar la acidez total. Santa Fe de Bogotá, ICONTEC, 19912. 3p. (Norma Colombiana ICONTEC 65)

ICONTEC No. 49. Vinos. Determinación del contenido de sul-fatos. Método aproximado.

ICONTEC No. 50. Vinos. Determinación del contenido de sul-fatos. Método usual.

ICONTEC No. 51. Vinos. Determinación del contenido de po-tasio empleando fotómetro de llama.

ICONTEC No. 52. Vinos. Determinación del contenido de ácido succínico.

ICONTEC No. 53. Bebidas alcohólicas. Determinación de densidad.

ICONTEC No. 54. Bebidas alcohólicas. Cálculo para convertir la densidad relativa medida en el aire, en densidad relativa medida en el vacio.

ICONTEC No. 55. Vinos. Cálculo para convertir las lecturas aerométricas a 15/15 °C en densidad a 20 °C o en densidad relativa a 20/20 °C.

ICONTEC No. 56. bebidas alcohólicas. Cálculo para convertir la densidad relativa en densidad.

ICONTEC No. 57. Vinos. Determinación de la alcalinidad parcial de las cenizas.

ICONTEC No. 58. Vinos. Determinación del contenido de fosfatos. Método usual.

ICONTEC No. 60. Bebidas alcohólicas. Método de arbitraje para determinar el contenido de sulfatos en vinos.

ICONTEC No. 65. Bebidas alcohólicas. Método usual para determinar la acidez total.

ICONTEC No. 67. Bebidas alcohólicas. Método usual para determinar el extracto seco.

ICONTEC No. 68. Bebidas alcohólicas. Método para determinar la alcalinidad total de las cenizas y el índice de alcalinidad de las cenizas en vinos.

ICONTEC No. 69. Bebidas alcohólicas. Determinación de cenizas.

ICONTEC No. 70. Bebidas alcohólicas. Método químico para determinar el grado alcohólico volumétrico.

ICONTEC No. 71. Bebidas alcohólicas. Determinación de la densidad. Método usual por arometría.

ICONTEC No. 73. Bebidas alcohólicas. Determinación del extracto total. Método de arbitraje.

ICONTEC No. 74. Licores. Determinación del grado alcohólico volumétrico.

ICONTEC No. 76. Bebidas alcohólicas. Método para determinar la acidez volátil.

ICONTEC No. 79. Cervezas. Preparación de la muestra para análisis.

ICONTEC No. 80. Cervezas. Método para determinar el peso específico relativo.

ICONTEC No. 84 Cervezas. Método usual para determinar el extracto real.

ICONTEC No. 85. Cervezas. Método para determinar cenizas.

ICONTEC No. 87 Cervezas. Método para determinar la acidez total.

ICONTEC No. 88 Cervezas. Método para determinar la acidez volátil.

ICONTEC No. 91. Cervezas. Extracción de muestras.

ICONTEC No. 136. Cervezas. Determinación del extracto aparente.

ICONTEC No. 137. Cervezas. Método para determinar el extracto del mosto original por cálculo.

ICONTEC No. 138. Cervezas. Método para determinar el grado de fermentación aparente por cálculo.

ICONTEC No. 139. Cervezas. Método para determinar el grado de fermentación real por cálculo.

ICONTEC No. 140. Cervezas. Método para determinar la fermentación final o extracto fermentable por levadura.

ICONTEC No. 143. Método electrométrico para determinar el pH.

ICONTEC No. 155. Cervezas. Método para determinar el contenido de nitrógeno total, expresado como proteínas.

ICONTEC No. 156. Cervezas. Método para determinar azúcares reductores.

ICONTEC No. 196. Bebidas alcohólicas. Método para determinar ésteres.

ICONTEC No. 214. Bebidas alcohólicas. Método usual para determinar el extracto seco total en bebidas alcohólicas edulcoradas.

ICONTEC No. 215. Licores. Determinación del extracto total.

ICONTEC No. 222. Bebidas alcohólicas. Definiciones generales.

ICONTEC No. 223 Vinos. Prácticas permitidas en la elaboración.

ICONTEC No. 242. Bebidas alcohólicas. Método para determinar aldehídos.

ICONTEC No. 278. Bebidas alcohólicas. Ron.

ICONTEC No. 286. Bebidas alcohólicas y alcohol etílico. Determinación de metanol.

ICONTEC No. 293. Bebidas alcohólicas. Vinos

ICONTEC No. 300. Bebidas alcohólicas. Ginebra compuesta.

ICONTEC No. 305. Bebidas alcohólicas. Vodka.

ICONTEC No. 411. Bebidas alcohólicas. Anís o anisado.

ICONTEC No. 459. Vinos. Método usual para determinar el anhídrido sulfuroso libre y total.

ICONTEC No. 634. Bebidas alcohólicas. Brandy.

ICONTEC No. 708. Bebidas alcohólicas. Vinos de fruta.

ICONTEC No. 1016. Vinos. Identificación de preservativos.

ICONTEC No. 1035. Bebidas alcohólicas. Cremas.

ICONTEC No. 1230. Bebidas alcohólicas. Determinación de colorantes.

ICONTEC No. 1244. Bebidas alcohólicas. Vinos de mesa.

ICONTEC No. 1243. Bebidas alcohólicas. Vinos espumosos y gasificados.

CAPITULO VI

CERVEZA

6.1 DEFINICION

Se entiende por cerveza una bebida preparada por fermentación alcohólica, debida a la acción de levaduras seleccionadas, sobre infusiones de cebada germinada u otros cereales también germinados y aromatizada con lúpulo. El producto final contiene en Colombia de 2,5 a 7 % de alcohol en volumen. En otros países se permiten mayores concentraciones de alcohol.

6.2 HISTORIA

La preparación de cervezas y en general de bebidas con bajo contenido alcohólico se remonta a la época de los egipcios, quienes probablemente ya utilizaban la malta de cebada. El desarrollo de esta industria está relacionado con el de la fabricación del pan. En lo referente a la adición del lúpulo, esta se inició en la edad media debido posiblemente a su acción antiséptica; en la actualidad es más conocido por el sabor amargo que comunica al producto.

Uno de los logros más notables en la técnica cervecera moderna ha sido la producción de cervezas en botella. Naturalmente, al éxito comercial del proceso de embotellamiento han contribuido la pasteurización y el desarrollo del equipo mecánico correspondiente para realizarla, así como para el lavado automático del envase y llenado de las botellas. En la actualidad se expenden también enlatadas.

Los procedimientos actuales para la preparación de la cerveza varían en algunos detalles de un país a otro, pero en general se tiende a producir una cerveza clara, estable y que pueda enfriarse sin aparición de turbidez.

6.3 COMPOSICION

Debido a la variación en la calidad de las materias primas necesarias en la fabricación de la cerveza, esta también presenta variaciones en su composición. El tratamiento de la materia prima, igualmente influye sobre la composición del producto final. El alcohol se encuentra en cantidades variables; están presentes hidratos de carbono, tales como los azúcares no fermentados y la dextrina; derivados proteínicos y derivados de la malta; sustancias aromáticas procedentes del lúpulo; productos secundarios del metabolismo de las levaduras así como cantidades pequeñas de sales minerales, extractos vegetales y aceites esenciales.

6.4 TIPOS DE CERVEZA

Los tipos de cerveza pueden clasificarse en dos grandes grupos tomando como criterio la naturaleza de la levadura empleada durante el proceso; para la cerveza común se usa un tipo de levadura que va al fondo de la cuba y por esto se denomina "de levadura baja o de fermentación baja"; para la cerveza ligera se emplea una levadura que flota en la superficie de la solución y por esta razón se le llama "de levadura alta o fermentación alta". A esta última categoría pertenecen las cervezas Ale, Porter y Stout. Al primero las de tipo Lager.

6.5 MATERIAS PRIMAS

Las materias primas utilizadas en la elaboración de la cerveza pueden resumirse en el siguiente Cuadro:

Materias Primas Fundamentales

Agua

Malta de cebada

Lúpulo

Materiales adjuntos: Cereales malteables

Cereales no malteables

Azúcares

Materias Primas Secundarias

Bióxido de carbono producido en la fermentación

Productos enzimáticos

Sales correctoras.

6.5.1 Agua

La cervecería clásica sostiene que existe una dependencia estrecha entre el agua preparada adecuadamente para elaborar la cerveza y la fermentación, coagulación, estabilidad y sabor. Es famosa la calidad de la cerveza de Burton Ale, de Inglaterra, atribuida a la naturaleza del agua empleada.

La dureza del agua expresada en carbonato de calcio, debe encontrarse entre 200 y 300 partes por millón, procedente de sulfatos de calcio y magnesio.

Debe observarse que el calcio en forma iónica reacciona con los fosfatos orgánicos e inorgánicos de la malta y precipita; el resultado es la acidificación del caldo. El magnesio, en forma iónica, produce un efecto similar pero no tan acentuado.

El sodio y el potasio en forma iónica, así como los cloruros y los sulfatos no afectan sino el sabor de la cerveza; mientras que un exceso de hierro, cobre o silicatos afecta el producto. El tratamiento adecuado del agua y su contenido mineral tienen una importancia decisiva en el proceso, ya que muchas sustancias amargas contenidas en el lúpulo son de naturaleza ácida y un pH alto contribuirá a su disolución. Estos factores influyen también en la precipitación de las proteínas.

Finalmente debe observarse que un agua dura, con un contenido excesivo de bicarbonatos, puede producir un sabor amargo, desagradable y permanente en la cerveza.

6.5.2 Malta de Cebada

Se conoce como malta cervecera al producto resultante de someter granos enteros de cebada de variedades de 6 hileras de granos a los procesos controlados de remojo, germinación y tostación. Figura 6.1

La cebada *(Hordeum vulgare)* se ha cultivado desde tiempos antiguos cuando su uso principal era la producción de pan. Debido a

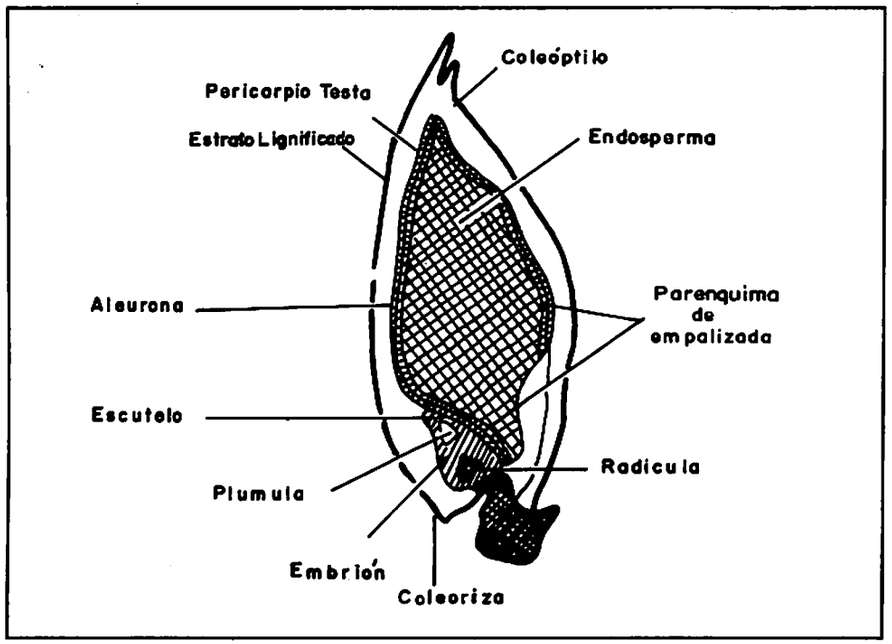


Figura 6.1. Diagrama de un grano de Cebada

su bajo contenido de gluten fue reemplazada en la mayoría de los países por el trigo y empezó a destinarse a la obtención de bebidas alcohólicas como la cerveza y el whisky.

Para este uso se prefieren los tipos de cebada que contienen menos proteína, endospermo más blanco y harinoso, con 60 a 62 % de almidón y cubierta más delgada.

Cuando se somete a remojo la cebada, germinan las semillas, proceso en el cual las enzimas presentes desdoblan los almidones produciendo azúcares más simples como la maltosa y dando origen a la materia prima llamada malta de cebada Las enzimas presentes colaboran además en el desdoblamiento de los almidones procedentes de otras materias primas. La tostación suspende la germinación. conserva las enzimas y origina el olor y color característicos.

Según la Norma ICONTEC No. 543, una buena malta cervecera debe cumplir los siguientes requisitos químicos para asegurar máxima eficiencia en la conversión de almidón a azúcar y un mosto fácilmente filtrable y rico en sustancias fermentables.

(A.S.B.C. = American Society of Brewing Chemists)

(°L = grados Lintner. Ver definición bajo poder o fuerza diastásica)

TABLA 6.1 REQUISITOS PARA LA MALTA CERVECERA

REQUISITO	MÍNIMO	MÁXIMO
Extracto molienda fina % en masa (base seca)	78	-
Diferencia fino-grueso % en masa (base seca)	-	2
Color del mosto en grados A.S.B.C	1,5	2,5
Tiempo de conversión en minutos	-	7
Tiempo de filtración en minutos	-	60
Fuerza diastásica en °L (base seca)	90	-
Alfa amilasa en unidades dextrinizantes (base seca) a 20 °C	30	-
Proteínas totales % en masa (base seca)	10	12
Proteínas solubles (base seca)/ proteínas totales (base seca) % en masa	40	45
Viscosidad del mosto en Cp (centipoises) a 20 °C	-	1,5
Alfa-amino-nitrógeno en mg/100 g de malta	-	200
Beta-glucanos en mg/100 g malta	-	200

El poder o fuerza diastásica puede definirse como la capacidad que tiene una cantidad determinada de mosto de concentración de

malta conocida, para convertir una cantidad determinada de almidón en azúcar, cuando se opera en condiciones de temperatura y tiempo prefijadas. Esta definición en grados Lintner es la siguiente [5]: "Una malta tiene un poder diastásico de 100° Lintner si 0,1 cm^3 de una infusión clara al 5 % de malta, actuando sobre 100 cm^3 de una solución al 2 % de almidón a 20 °C por una hora, produce suficientes azúcares reductores para reducir completamente 5 cm^3 de la solución Fehling. Puesto que en la metodología actual no se usa agua destilada sino una solución al 0,5 % para preparar el mosto, se habla ahora de grados de poder diastásico y se ha abandonado la referencia a grados Lintner. Su determinación se describe en la Norma ICONTEC No. 1122.

El tiempo de conversión se relaciona también a la efectividad de las enzimas presentes en el mosto para sacarificar los almidones, factor muy importante en la programación del proceso. Su determinación se describe en la Norma ICONTEC No. 1119.

Además la Norma ICONTEC No. 543, especifica que la malta cervecera debe estar constituida por granos uniformes de cebada malteada libre de contaminación por granos o sustancias diferentes, no presentar olores ni sabores extraños, debe estar libre de mohos e infecciones y su olor debe ser fresco y característico. En cuanto al tamaño del acróspiro (plántula) se especifica que su longitud debe estar desarrollada desde 1/4 hasta 1 longitud total del grano. Si la longitud del acróspiro sobrepasa la longitud del grano se dice que está sobrecrecido.

La densidad o masa por volumen del grano en base seca se especifica como 48,9 kg/Hl (o kg/100 dm^{-3}) mínimo

6.5.3 Materiales Adjuntos

Durante la fabricación de la cerveza se hacen ciertas adiciones: Azúcares, jarabes y cereales. Uno de los productos más útiles es el procedente de la molienda húmeda o seca del maíz. La adición de soya ha tenido buena aceptación por su valor nutritivo y su influencia favorable en la fermentación; su contribución principal es el ser otra fuente de alcohol, contribuyendo poco al aroma, color y contenido proteínico; de esta manera reducen el contenido nitrogenado de la cerveza nueva y aumentan la estabilidad de la misma.

Los cereales que presentan un contenido elevado de aceite pueden originar olores y sabores desagradables.

6.5.4 Lúpulo

Del lúpulo solo se utilizan las flores femeninas del *Hummus lupulus* previamente desecadas a baja temperatura y pulverizadas. Su

tanino interviene en la precipitación de las proteínas inestables al reducir el pH de la solución; comunica su aroma al mosto y contribuye a la destrucción de los microorganismos y a la inactivación de los restos enzimáticos. Ayuda además a la estabilización biológica y química del mosto. El lúpulo contiene además resinas, aceites esenciales y principios amargos.

6.6 PROCEDIMIENTO GENERAL DE LA FABRICACION DE LA CERVEZA

6.6.1 Obtención de la Malta de Cebada

La cebada libre de cualquier material extraño como piedrecillas o granos de otros cereales o de otras plantas, se humedece con agua y se extiende en capas de 10 a 15 cm de espesor, en cámaras superpuestas y al abrigo de la luz, controlando la temperatura ambiente la cual se eleva gradualmente de 12 a 16 °C para facilitar la germinación del grano. Este proceso dura de 8 a 20 días, tiempo en el cual el gérmen alcanza de dos a tres veces el tamaño del grano. Luego se somete a secado y tostación, favoreciendo la caramelización parcial de algunos carbohidratos. Este proceso varía según el tipo de cerveza que se quiere elaborar. Se enfría y se almacena en silos frescos y secos.

El proceso enzimático generado en la germinación permite el desdoblamiento de los almidones hasta azúcar y otros compuestos más complejos denominados beta-glucanos. Además se forman muscílagos y gomas de naturaleza proteica o de aminoácidos o grupos amino libres.

6.6.2 Obtención del Mosto

La malta se muele hasta formar un polvo relativamente grueso y luego se macera con agua; el producto resultante se somete a un calentamiento adecuado con el fin de solubilizar las proteínas y convertir al almidón en azúcar. El material insoluble se separa por filtración y se lava con agua caliente, la cual se une a la solución anterior; este líquido constituye el llamado "mosto". Los beta glucanos así como las sustancias de tipo protéico como aminoácidos libres y grupos amino, forman muscílagos que aumentan la viscosidad y dificultan la filtración del mosto.

La viscosidad refleja el grado de modificación de la malta puesto que la hidrólisis disminuye esta propiedad.

Al mosto obtenido se le añaden los materiales adjuntos, los cuales han sido sometidos a ebullición para extraer los carbohidratos y demás sustancias solubles y proceder a la etapa de sacarificación.

Las determinaciones de beta-glucanos y nitrógreno amino, son prácticas rutinarias en el proceso de cervecería y la metodología está descrita en la Norma ICONTEC No. 543. Por considerarlas demasiado especializadas no se incluyen en la correspondiente Guía de Laboratorio.

6.6.3 Sacarificación

La sacarificación es el proceso por el cual se transforma el almidón en dextrina y luego en maltosa según la reacción:

$$2(C_6H_{10}O_5)_n + nH_2O \text{ -----> } nC_{12}H_{22}O_{11}$$

Debe mencionarse que durante el proceso de sacarificación se efectúan simultáneamente:

a. La solubilización de las proteínas

b. La hidrólisis de las proteínas solubles y su transformación en aminoácidos.

c. La coagulación de las proteínas de alto peso molecular.

La inhibición de la descomposición de las proteínas se logra a 79 °C; dándose por terminada la sacarificación.

Otro aspecto importante de esta etapa que debe observarse es que el proceso de degradación enzimática avanza más rápidamente cuando se alcanza la temperatura de conversión, al mezclar el cereal en ebullición con malta.

El almidón de la malta y el cereal adjunto o accesorio, se descomponen en maltosa o amilasa y en dextrina o amilasa.

La relación entre la maltosa y la dextrina se regula a través de la temperatura de conversión. Este control es importante porque permite regular el contenido alcohólico del producto.

El siguiente Cuadro, propuesto por Kirk Othmer, es un ejemplo en el que puede apreciarse claramente el predominio de la maltosa a una temperatura baja de conversión y la correspondiente relación en la cantidad de dextrina al aumentar dicha temperatura:

Temperatura de conversión °C	63,3	65,5	67,8	70,0
Tiempo de conversión (minutos)	120	90	75	60
Relación maltosa/ dextrina	2/7	2/5	2/1	1/9

6.6.4 Adición de Lúpulo

Después de la sacarificación y previa filtración, se pasa el líquido a recipientes especiales donde se somete a una ebullición prolongada para coagular las proteínas y transformar los restos de almidón en dextrina. Al iniciar la ebullición se agrega el lúpulo en proporción aproximada de 200 g/100 dm^3 y se tapan los recipientes para evitar pérdidas de las sustancias volátiles.

6.6.5 Fermentación

Inoculación:

Este proceso tiene ligeras variaciones según el tipo de fermentación que se desea, las variaciones de temperatura son características, por ejemplo, en la cerveza de tipo Lager o de fondo, se inicia a 7 °C y se permite su elevación hasta 13 °C. Luego se inicia un período de enfriamiento que dura entre 6 y 9 días; al terminar la fermentación la temperatura se lleva hasta 7 °C y hasta 3 °C cuando la levadura se deposita en el fondo del tanque.

Para la inoculación se utiliza 1 libra de levadura por barril. Esto corresponde a una inyección de 8 a 10 millones de células de levadura por cm^3.

Se inicia la multiplicación de la levadura y el consumo de oxígeno, así como la fermentación anaeróbica por acción de las enzimas:

$$C_6H_{12}O_6 + 2C_2H_5OH \text{ -----> } 2CO_2 + \text{Calor}$$

La descomposición de 1 mol de glucosa suministra 27 kilocalorías de las cuales 24 son absorbidas por el líquido y 3 por la levadura.

16 a 18 horas después de haberse iniciado la inoculación, se observan algunas burbujas que son los signos iniciales de la fermentación. El pH desciende hasta cerca del punto isoeléctrico de las proteínas y estas comienzan a precipitar al igual que las resinas ácidas procedentes del lúpulo.

Sobre la superficie de la solución puede observarse una nata espumosa que al carecer del soporte del bióxido de carbono se precipita.

Para el caso de la cerveza ligera del tipo Ale, la temperatura es menor de 21 °C y el tiempo de solo 5 a 7 días.

6.7 INFECCION DE LA CERVEZA

Debe aclararse, al estudiar la infección de la cerveza, que los microorganismos que la afectan no son de carácter patógeno para el hombre, ya que el pH en el que se efectúa el proceso no permite su multiplicación. Afectan la acidez del producto o su sabor y lo hacen menos agradable al paladar, pero no tóxico.

Los valores microbiológicos permitidos pueden evaluarse según la información contenida en el siguiente Cuadro:

100 microorganismos/cm^3	Limpieza excelente
1000 microorganismos/cm^3	Limpieza normal
100.000 microorganismos/cm^3	Presencia de foco infeccioso

6.7.1 Fuentes de Infección de la Cerveza

Estas pueden ser:

-El aire

-Las paredes del tanque de fermentación

-Las levaduras de inoculación, en especial las levaduras silvestres. Por esta razón se hace necesario efectuar el análisis de tal manera que se establezca un control que no permita la presencia de bacterias en 1.000 células observadas.

Pueden establecerse como condiciones satisfactorias las siguientes:

a) Para el aire: Menos de 1 microorganismo/cm^3 de caldo(hongos).

b) Para las paredes del equipo: Menos de 1.000 microorganismos/cm^3 de caldo.

c) Para la levadura considerada como satisfactoria: Menos de 55.000 microorganismos/cm^3 de caldo.

Entre las infecciones producidas la más importante es la originada por bacterias ya que estas se multiplican sin competencia y rápidamente. La más común es la "sarcina" la cual le comunica a la cerveza un sabor de diacetilo (mantequilla); esta es la llamada *Pediococcus damnosus*. La concentración de diacetilo o 2,3 butanodiona puede determinarse químicamente según los métodos propuestos en la Norma ICONTEC 1857.

6.8 OPERACIONES DE BODEGA

En la etapa final de la fabricación, el producto de la fermentación se considera ya como cerveza. Sin embargo, presenta sustancias en suspensión que le comunican un aspecto turbio; el sabor es amargo, astringente y con poco anhídrido carbónico. Entonces esta cerveza nueva se somete a un tratamiento que comprende:

a.Clarificación

b.Depuración del gusto y del aroma (purificación o envejecimiento de la cerveza)

c. Saturación con bióxido de carbono

d. Envase y pasteurización

6.8.1 Clarificación

La clarificación se inicia con la sedimentación de las materias en suspensión que poseen un tamaño relativamente grueso, por ejemplo las levaduras y las resinas del lúpulo. El proceso se continúa con la eliminación de los coloides inestables de alto peso molecular, antes de la pasteurización, utilizando gelatina y tanino y separándolos por filtración.

6.8.2 Purificación o Envejecimiento de la Cerveza

En esta etapa, relacionada con la clarificación, se modifican tanto el sabor como el aroma de la cerveza nueva. El sabor amargo y astringente de esta cerveza se debe, como ya se ha mencionado, a las partículas de levaduras y del lúpulo en suspensión. Por consiguiente, la clarificación inicial mejora considerablemente el gusto y el aroma.

El envejecimiento de la cerveza se realiza a baja temperatura.

6.8.3 Carbonatación

En esta etapa se carbonata la cerveza madura con bióxido de carbono de un 99,5 % de pureza. la concentración final varía entre 0,45 y 0,52 %.

Con el gas se comunica a la cerveza su aspecto espumoso, además de imprimir al producto el sabor con la sensación picante de las burbujas sobre la lengua y de esta manera modifica el sabor original que es amargo, acompañado de un olor poco agradable. Es importante evitar que quede aire en contacto con el líquido.

En algunos procesos de carbonatación se utiliza el bióxido de carbono desprendido de la cerveza en estado inicial de fermentación. Este proceso requiere unas cuatro semanas, seguidas de un almacenamiento que puede variar entre tres y ocho semanas.

La cerveza carbonatada se filtra a través de tierra de infusorios. En algunos procedimientos se utiliza algodón para la filtración.

6.8.4 Envase y Pasteurización

Finalmente el producto se envasa para ser expendido. El tipo de envases consta de barriles de acero inoxidable, madera o aluminio; para el expendio en cantidades menores se utilizan botellas o latas, las cuales se pasteurizan a 60 °C durante un período de unos 55 minutos, proceso por el cual se interrumpe la fermentación y se asegura su conservación por más tiempo.

La cerveza sin pasteurizar, conocida con el nombre de "Sifón", se expende en barriles. Debe mantenerse a baja temperatura y consumirse en pocas horas porque se altera fácilmente.

6.9 SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA CERVECERA

Entre los principales subproductos de la industria cervecera se encuentra el lúpulo agotado, la levadura de cerveza y el bióxido de carbono. Deben mencionarse además los granos de cervecería de uso extendido para la alimentación animal.

6.9.1 Lúpulo Agotado

No se ha encontrado mayor aplicación para el lúpulo agotado y por esta razón generalmente se quema este subproducto.

6.9.2 Levadura de Cerveza

La levadura de cerveza se ha utilizado recientemente como una fuente de complejo vitamínico B. Para ello se hace necesario eliminar el sabor amargo procedente del lúpulo. Se emplea en la preparación de alimentos tales como sopas y productos análogos, con el fin de comunicar sabor de carne (proteínas hidrolizadas). Igualmente se emplea en la elaboración de alimentos para animales.

6.9.3 Bióxido de Carbono

El bióxido de carbono que se produce durante la fermentación de emplea en la carbonatación de la cerveza, como ya se anotó; generalmente no se vende como subproducto, no obstante el alto grado de pureza con que puede obtenerse. Su uso ha aumentado debido a que durante el proceso de fabricación, sustituye el aire con el fin de crear compresiones y eliminar los efectos de oxidación de las materias constituyentes de la cerveza, por acción del oxígeno del aire.

Durante la fermentación se generan unas 10 libras de bióxido de carbono por barril de cerveza; esta lo absorbe inicialmente y cuando se alcanza el punto de saturación el tanque comienza a "soplar". Por esta razón es necesario dejar un espacio sobre la cerveza, del cual se ha purgado el aire previamente, mediante bióxido de carbono.

6.9.4 Granos de Cervecería

Los materiales que no se disuelven durante la preparación del mosto se consideran como granos de cervecería.

Como la mayoría de los hidratos de carbono han sido digeridos por las amilasas y disueltos durante el proceso, las grasas y las proteínas quedan concentradas en la materia insoluble. Este subproducto, tal como sale de la fábrica, presenta un contenido de agua que varía entre el 75 y el 80 % y se altera fácilmente. Por consiguiente, si su distribución es demorada, es necesario secarlo. Se utiliza ampliamente como componente de alimentos para animales.

6.10 CONTROL DE CALIDAD

El mejor análisis que puede hacerse de la calidad de una cerveza es la degustación de las muestras. En su forma más sencilla esta se realiza por un grupo de catadores especializados. Sin embargo, se han realizado muchos esfuerzos para desarrollar esta técnica de una

manera científica. Para los detalles, se recomienda consultar la publicación de Mahecha G.

Las muestras procedentes de diversas etapas del proceso se prueban diariamente con el fin de separar cualquier lote que presente una alteración apreciable en el sabor o en el olor.

Las pruebas comparativas realizadas para seleccionar la mejor entre varias cervezas, presentan muchas dificultades. La aptitud del catador, así como su estado de ánimo, son factores muy importantes. Pero también lo son el estado de las muestras, el orden en que se analizan y el número total de estas. Para interpretar los resultados y en particular el límite de diferenciación, se emplean métodos estadísticos. La prueba diferencial se dificulta debido a la imposibilidad de tener un patrón permanente ya que la cerveza conserva su mejor sabor por poco tiempo. Además, el grupo de catadores afecto a una fábrica de cerveza, está normalmente influenciado por prejuicios a favor de su propia cerveza y su juicio puede basarse en comparación con esta. Se ha concedido mucho interés a la idea de expresar las sensaciones del sabor y del olor por medio de algún patrón permanente, elaborado artificialmente con sustancias químicas puras, pero esto no ha sido posible hasta ahora.

No obstante lo anterior, las fábricas han establecido un control de uniformidad, a pesar de que la calidad solo puede definirse mediante un análisis organoléptico. El control de uniformidad se basa en pruebas físicas y químicas, lo que implica una interpretación cuidadosa de los resultados puesto que una cerveza de buena calidad y otra de mala calidad, pueden dar valores semejantes. El Instituto Colombiano de Normas Técnicas (ICONTEC), ha realizado un esfuerzo considerable y exitoso, para establecer un procedimiento analítico para las materias primas, la cerveza, la levadura, el lúpulo, el bióxido de carbono, los revestimientos del equipo, las botellas, las latas, etc. Estos procedimientos pueden verse en las Normas correspondientes y en los informes de los comités de American Society of Brewing Chemists.

El análisis químico del producto comprende normalmente las siguientes determinaciones:

a. Peso específico

b. Extracto aparente (%)

c. Extracto real (%)

d. Alcohol (% en peso)

e. Extracto original

f. Grado real de fermentación (%)

g. Grado aparente de fermentación (%)

h. pH

i. Acidez total (% de ácido láctico)

j. Proteínas (% de nitrógeno multiplicado por 6,25)

k. Azúcares reductores (% de maltosa)

l. Cenizas

m. Color (Lovibond)

n. Bióxido de carbono (en volúmenes)

o. Aire (cm^3/botella)

p. Valor ITT (Indicador Time Test)

A continuación se dan algunos detalles referentes a estas determinaciones y se presenta una Guía de Laboratorio para las determinaciones que son más específicas del producto. Los métodos son los propuestos por las Normas ICONTEC correspondientes.

6.10.1 Peso Específico

La determinación del peso específico se realiza por medio de picnómetro a 20/20 °C.

Igualmente pueden utilizarse densímetros.

6.10.2 Extracto Aparente

El término "extracto" se emplea para indicar "sólidos totales". En el análisis de las cervezas, los sólidos rara vez se determinan llevando el líquido a sequedad, como es costumbre en otros tipos de análisis. Comunmente se calculan a partir del peso específico de la solución determinado por picnometría o utilizando un hidrómetro graduado y

luego, mediante Tablas, se determina el porcentaje del extracto. Usualmente se expresa como sacarosa o en porcentaje de extracto por peso, unidad definida como Grados Plato. Ver también Norma ICONTEC No. 136.

Se llama extracto aparente, porque no es una medida real de los sólidos totales. Esto se debe a la presencia de alcohol, el cual es más ligero que el agua.

6.10.3 Extracto Real

Para obtener un índice real de los sólidos, es necesario determinar el extracto real. esto puede efectuarse averiguando el peso específico, luego de eliminar el alcohol por destilación, según lo describe el método en la Norma ICONTEC No. 83.

El extracto real representa las materias no fermentadas que quedan en la cerveza.

Si se resta el extracto real del extracto original, la diferencia es el extracto fermentado. Si este último se expresa en porcentaje del extracto original, se obtiene el Grado Real de fermentación.

De manera análoga puede calcularse El Grado Aparente de fermentación, utilizando el extracto aparente en lugar del extracto real. El grado aparente de fermentación es siempre mayor que el grado real de fermentación, en virtud del error producido en la determinación del peso específico, originado por la presencia del alcohol, como se especifica en la Norma ICONTEC No. 138.

6.10.4 Extracto Original

La cantidad de extracto original es el contenido total de sólidos en el mosto.

Puede obtenerse a partir del peso específico del mosto, mediante Tablas; o puede calcularse utilizando una fórmula en la que interviene el contenido de alcohol y de extracto real de la cerveza, según el método consignado en la Norma ICONTEC No. 137.

$$O = \frac{(A \times 2{,}0665) + E \times 100}{100 + (A \times 1{,}0665)}$$

en la cual:

O =Extracto original (grado sacarométrico en peso)

A =Porcentaje de alcohol en peso (g/100 g de cerveza)

E =Extracto real

6.10.5 Tiempo de Conversión

El tiempo de conversión son los minutos necesarios para que las enzimas presentes naturalmente en la malta, actúen para desdoblar las moléculas de almidón y convertirlas en maltosa. Es muy importante este dato para fijar las condiciones del proceso.

6.10.6 pH y Acidez

Las cervezas son siempre ligeramente ácidas, presentando un valor de pH alrededor de 4. Los valores de pH y acidez total deben controlarse para poder garantizar uniformidad de la producción y como control de la misma. El valor de pH se determina potenciométricamente, según la Norma ICONTEC No. 143 y el de acidez por titulación con hidróxido de sodio 0,1 N, sobre cerveza descarbonatada por agitación y filtración. Para cervezas claras se utiliza la fenolftaleína como indicador; para cervezas oscuras se prefiere el método potenciométrico

1 cm^3 de NaOH 0,1 N = 0,0090 g de ácido láctico

6.10.7 Proteínas

La determinación de las proteínas, tanto en el mosto como en la cerveza, por el método de Kjeldahl da resultados positivos. Además, se han propuesto una serie de procedimientos para medir las propiedades de la cerveza relacionadas con las proteínas, tales como la estabilidad de la espuma, la turbidez, etc. La Norma ICONTEC No. 155 describe el método para determinar el nitrógeno en estos productos y expresarlo como proteína total.

6.10.8 Nitrógeno Amino Libre

La cantidad de nitrógeno amino libre en el mosto, es muy importante para el desarrollo de la levadura durante el proceso de fermentación. También se acostumbra a determinar la cantidad remanente de compuestos aminos libres en la cerveza, se usa para ello el método de la ninhidrina que mide colorimétricamente aminoácidos, con excepción de la prolina, amoniaco y terminales -amino en péptidos y proteínas.

6.10.9 Azúcares Reductores

Los azúcares reductores expresan la cantidad de maltosa que llegó hasta la cerveza. Se determinan según los métodos descritos en Productos de la industria azucarera, utilizando el poder reductor de la maltosa sobre una solución alcalina de cobre, que tiene como producto Cu_2O precipitado rojo.

6.10.10 ß-Glucanos

Los ß-glucanos son polímeros constituyentes de la pared celular del endospermo de la cebada, formados por unidades de glucosa que presentan enlaces ß 1-3 en un 30 % aproximadamente y ß 1-4 en un 70 %.

La presencia de estos compuestos en el mosto, le comunican viscosidad, causando problemas en la filtración. Como por hidrólisis se convierten en glucosa, su determinación se basa en precipitarlos con sulfato de amonio, hidrolizarlos en medio ácido y finalmente evaluar la glucosa generada, por un método apropiado. El ICONTEC en su Norma No. 543, recomienda la formación del complejo coloreado con antrona en medio sulfúrico.

6.10.11 Cenizas

Las cenizas son la medida del contenido mineral de la cerveza. Se determinan al rojo oscuro (±550 °C) sobre el residuo seco de 50 cm^3 de muestra. Sobre estas cenizas se determinan comúnmente la cantidad de fósforo presente, factor que es importante en el valor nutritivo de la cerveza.

6.10.12 Color

El color es un factor de calidad organoléptico.

La compañía Lovibond ha desarrollado una serie de patrones para diversos usos. Se utiliza el colorímetro fabricado por esta compañía.

6.10.13 Bióxido de carbono y Aire

Es importante conocer el contenido de gas carbónico y el aire en un número representativo de envases. La cantidad de bióxido de carbono es un índice del desprendimiento de este gas cuando se vacía la botella para llenar un vaso y producir espuma.

La tendencia actual es reducir el contenido de aire en la cerveza terminada y embotellada, en cuanto sea posible, con el fin de mejorar la estabilidad, aumentar la durabilidad y reducir la oxidación.

6.10.14 Valor ITT

El valor ITT (Indicador Time Test) es una medida del estado de oxidación de la cerveza.

Proporciona una idea general del grado en que ha estado expuesta la cerveza a la influencia oxidante del aire. Es una prueba sencilla, rápida y empírica, que mide la rapidez con la que se decolora un indicador de oxidación-reducción en condiciones determinadas. Esta prueba se ideó para reemplazar los ensayos destinados a la determinación del potencial de oxidación-reducción o el llamado rH de la cerveza.

Los valores ITT se expresan en segundos. Por lo general, las cifras bajas indican cervezas con materias protectoras y reductoras todavía presentes; mientras que valores elevados, del orden de miles, indican una exposición elevada al aire y un estado muy oxidado.

6.11 GUIA DE LABORATORIO. CERVEZAS

6.11.1 ANALISIS DE MALTA

6.11.1.1 Preparación de la Muestra

Moler 250 g de muestra en tal forma que el 90 % de los granos pasen por tamiz ICONTEC No. 30 (595 µm). Se mezclan bien y se guardan en frasco de boca ancha, bien tapado.

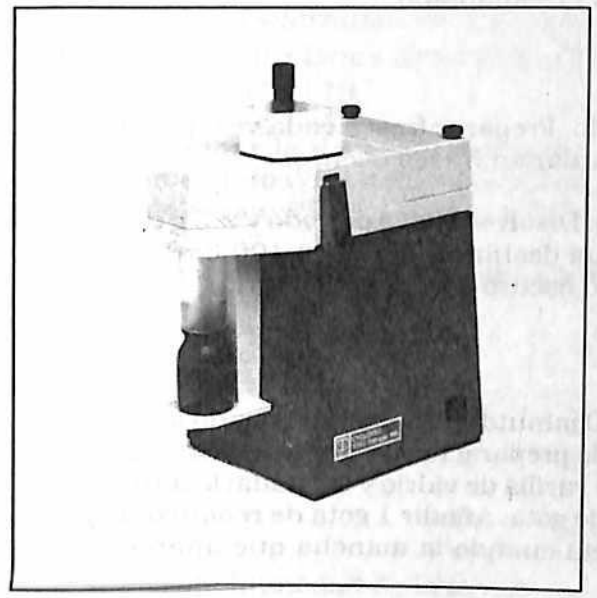


Figura 6.2 *Molino Ciclotec para preparación de muestras. Tecator.*

6.11.1.2 Determinación de Humedad

Pesar 5 g de muestra en un pesasustancias. Calentar en estufa a 100 ± 2 °C hasta peso constante.

6.11.1.3 Preparación del Mosto. Norma ICONTEC 1119 adaptada.

Pesar 50 g de muestra y macerar con 200 cm^3 de agua destilada previamente calentada a 46 °C en un vaso de 600 cm^3 tarado, colocado en una plancha de calentamiento y al cual se le puede adaptar un agitador de vidrio.

Anotar el olor del macerado (aromático, ligeramente aromático, fresco, rancio, pesado, etc).

Agitar y mantener la temperatura de maceración a 45 °C durante 30 minutos. Elevar la temperatura a razón de 1 °C por minuto hasta alcanzar los 70 °C. Agregar 100 cm^3 de agua destilada previamente calentada a 70 °C. Mantener la maceración con agitación a esta temperatura durante 60 minutos y determinar en este período el tiempo de conversión.

6.11.1.4 Determinación del Tiempo de Conversión

ICONTEC 1119 adaptado.

Reactivos:

Solución 0,01 N de yodo. Preparar fresca cada vez, por dilución de una solución 0,1 N y guardar en frasco oscuro.

Solución 0,1 N de yodo: Disolver 1,27 g de yodo y 2,5 g de yoduro de potasio en 20 cm^3 en agua destilada y diluir a 100 cm^3 con agua destilada. Guardar en frasco oscuro con tapa de vidrio.

Procedimiento:

Transcurridos 5, 7 y 10 minutos de haber alcanzado la temperatura de 70 °C en el proceso de preparación del mosto, retirar una gota del mismo por medio de una varilla de vidrio y trasladarla a una placa de porcelana para ensayos de gota. Añadir 1 gota de reactivo de yodo. La sacarificación es completa cuando la mancha que aparece es de color amarillo.

Enfriamiento y Filtración

Al terminar los 60 minutos de calentamiento a 70 °C sumergir el vaso en un baño a 20 °C de tal manera que se alcance esta temperatura entre 10 y 15 minutos siguientes. Se retira el agitador y el termómetro lavándolos con pequeñas porciones de agua que se reciben sobre el mosto. Ajustar el contenido del vaso a 450 g adicionando agua destilada a 20 °C.

Agitar con una varilla de vidrio y filtrar a través de papel de filtro S y S 560 o 597 (o su equivalente) usando un embudo de 200 cm^3 de capacidad, provisto de tapa y recibiendo el filtrado en un erlenmeyer graduado de 500 cm^3 al cual se ajusta el embudo mediante una mota de algodón. Al completar los primeros 100 cm^3 de filtrado se anota el tiempo y se regresa el líquido al embudo para volverlo a filtrar. La velocidad de filtración se considera normal cuando se requiere 1 hora para filtrar los primeros 100 cm^3. Se continúa la filtración hasta terminar o hasta que hayan transcurrido 2 horas, tiempo al cual se suspende.

Mezclar el mosto filtrado y observar la apariencia calificándolo como claro, ligeramente turbio y turbio.

Guardar para las determinaciones del extracto, color, proteínas solubles, viscosidad, ß-glucanos, nitrógeno amino.

6.11.1.5 Determinación del Extracto. A.O.A.C. 10.139/84
Seguir las instrucciones descritas para obtener el mosto. Según ICONTEC 1119

Determinar la densidad del mosto a 20 °C usando un picnómetro. Con el dato de la densidad calcular (P) los gramos de extracto en 100 g de mosto (°Plato) según la Tabla A.O.A.C. 52.009/84.

Calcular el extracto en % según la ecuación:

$$E = [P(H + 800)]/(100 - P)$$

donde :

E = % de extracto

P = °Plato

H = % de humedad de la malta

6.11.1.6 Determinación de Proteínas Solubles. Método Kjeldahl

Tomar una alícuota de 25 cm^3 del mosto en un matraz Kjeldahl de 500 cm^3. Añadir 5 cm^3 de ácido sulfúrico y 5 g de mezcla catalizadora y efectuar la digestión. Completar la determinación como se especifica en la Guía de Laboratorio en el Análisis Próximo.

6.11.1.7 Determinación de Viscosidad Dinámica

Por medio de succión llevar el agua, previamente termostatada a 20 °C, hasta la marca superior del viscosímetro. Dejar descender el nivel del líquido iniciando el registro del tiempo con un cronómetro, cuando el menisco pasa sobre la marca superior y deteniéndolo cuando pase por la marca inferior. Se anota el tiempo de flujo del agua. Repetir el procedimiento con el mosto previamente termostatado a 20 °C y anotar el tiempo de flujo de este.

$$\text{Viscosidad dinámica} = \frac{\text{Tiempo de flujo mosto a 20 °C}}{\text{Tiempo flujo del agua a 20 °C}} \times d \times 1.002$$

d = densidad del mosto

1.002 = viscosidad del agua a 20 °C en centipois (cP)

1 cP = 0,001 Pa.s (pascal.segundo)

Las determinaciones de ß-glucanos y nitrógeno amino deben hacerse según lo describe la Norma ICONTEC No. 543.

6.11.2 Análisis de Cerveza

6.11.2.1 Preparación de la Muestra

A.O.A.C. 10.001/84. 920.49/90. adaptado

Pasar 500 cm^3 de la muestra a un erlenmeyer de un 1 dm^3 y dejar en baño de agua a 20 °C. Descarbonatar por agitación suave al principio y vigorosa después hasta que no se observe desprendimiento de gas. Si es necesario filtrar para retirar las materias en suspensión y la espuma, cubrir el embudo con un vidrio de reloj para reducir las pérdidas por evaporación.

6.11.2.2 Determinación del peso Específico Relativo

A.O.A.C. 10.016/84 adaptado

Efectuar la determinación con la cerveza descarbonatada y ambientada a 20 °C utilizando el método del picnómetro. Con este dato calcular el extracto seco total según las Tablas de la Norma ICONTEC No. 214 o A.O.A.C. 52.009/84. 920.50/90

6.11.2.3 Determinación de Turbiedad

A.O.A.C. 10.010/84 adaptado

Reactivos:

Solución al 1 % de sulfato de hidrazina. Solución A. Disolver 1,0 g de $N_4H_4H_2SO_4$ grado reactivo, en agua destilada y llevar a un volumen de 100 cm^3. Dejar en reposo de 4 a 6 horas para lograr completa disolución.

Solución de hexametilen tetramina al 10 %. Solución B. Disolver 2,5 g del reactivo en 25 cm^3 de agua destilada en un erlenmeyer de 125 cm^3 provisto de tapón de caucho.

Suspensión patrón de turbiedad. Agregar una parte alícuota de 25 cm^3 de la solución A sobre la solución B. Tapar el erlenmeyer y agitar. Dejar reaccionar durante 24 horas.

Patrón de 10.000 unidades de turbiedad. Tomar 14,5 cm^3 de la solución patrón concentrada y diluir a 100 cm^3 en un matraz volumétrico.

Patrón de 1000 unidades de turbiedad. Tomar 10 cm^3 de la solución anterior y diluir a 100 cm^3 en un matraz volumétrico.

A partir de los patrones de 1000 unidades preparar una serie de soluciones para comparar visualmente, por diluciones apropiadas y completando a volumen de 100 cm^3 cada alícuota. La cantidad de cm^3 del patrón de 1000 unidades tomada para preparar los patrones, multiplicada por 10 indica la turbiedad de la muestra de cerveza con la cual coincida expresada en unidades de turbiedad de formazina (F.T.U).

6.11.2.4 pH

A.O.A.C. 10.041/84. 945.10/90 adaptado

Determinar esta variable utilizando un potenciómetro. El aparato debe normalizarse utilizando una solución tampón de pH 4, el cual puede prepararse disolviendo 1,0211 g de ftalato ácido de potasio ($KHC_8H_4O_4$) seco, en 100 cm^3 de agua destilada.

6.11.2.5 Determinación de la Acidez Total. Método potenciométrico.

A.O.A.C. 10.039/84. 950.07/90 adaptado

Reactivos:

NaOH 0,1 N

Solución buffer de pH 7

Mezclar 29,63 cm^3 de solución de NaOH 0,100 N con 50 cm^3 de solución de KH_2PO_4 0,100 N y diluir hasta 100 cm^3 en un matraz aforado.

Procedimiento:

Tomar una alícuota de 50 cm^3 de la cerveza descarbonatada, en un vaso de precipitados de 250 cm^3. Colocar el vaso sobre un agitador magnético. Poner en movimiento el agitador.

Introducir el electrodo, previamente ajustado contra solución buffer, lavado y limpio con agua destilada, dentro de la cerveza.

Titular con la solución de NaOH hasta un pH 8,2. Calcular la acidez expresándola en ácido láctico.

6.11.2.6 Grado Alcohólico

A.O.A.C. 10.023/84. 935.21/90 adaptado

Destilar 100 g de cerveza mezclada con 50 cm^3 de agua, recogiendo cerca de 100 g de destilado en un matraz tarado previamente. Completar el volumen exacto con agua y determinar el peso específico del destilado a 20°C/20°C y buscar en las Tablas el alcohol correspondiente a dicho peso específico.

6.11.2.7 Extracto Real

A.O.A.C. 10.021/84. 945.09/90 adaptado

Trasvasar cuantitativamente el residuo que permanece en el matraz de destilación del procedimiento anterior, a un matraz volumérico, lavando el matraz original con varias porciones pequeñas de agua caliente. Enfriar a 20 °C y completar a volumen. Determinar el peso específico de la solución por medio de un picnómetro.

Determinar los gramos de extracto correspondientes al peso específico en las Tablas correspondientes.

Calcular el extracto real según la fórmula:

$ER = g\rho_A / \rho_e$

ER =g/ 100 g de extracto real

g =g de extracto por 100 g de cerveza desalcoholizada (Tablas).

ρ_A = peso específico de la cerveza desalcoholizada, a 20°C

ρ_e = peso específico de la cerveza a 20°C

6.11.2.8 Determinación de Diacetilo. Método colorimétrico. Mide grupos cetónicos vecinos.

Método ICONTEC 1857 Adaptado

Reactivos:

Solución de α-naftol en isopropanol al 4%: Disolver 4 g del reactivo en isopropanol de 99,6 %. Adicionar 0,5 g de carbón activado, agitar y dejar en reposo por 30 minutos. Filtrar recibiendo el filtrado en un matraz volumétrico de 100 cm^3. Completar a volumen con isopropanol. Almacenar en frasco oscuro.

Solución alcalina de creatina: Disolver 0,3 g de creatina en 80 cm^3 de legía de hidróxido de potasio al 40 %. Filtrar, almacenar en frasco de polietileno bajo refrigeración.

Solución patrón I de diacetilo de 550 ppm. Disolver 0,5 g de diacetilo en agua destilada y diluir a 1 dm^3. Almacenar en frasco oscuro en el refrigerador.

Procedimiento:

Equipo de destilación, preferiblemente todo de vidrio

Destilar 100 cm^3 de cerveza desgasificada. Tomar una alícuota de 15 cm^3 del destilado en un matraz aforado de 25 cm^3 y diluir a la marca con agua. Agitar. Tomar una alícuota de 5 cm^3 en un matraz aforado de 10 cm^3 y continuar el procedimiento como para la curva patrón.

Preparación de la curva patrón

Patrón II de diacetilo 5 ppm. . Diluir 1 cm^3 de la solución patrón I en 100 cm^3 de agua.

Por medio de una bureta de 10 cm^3, medir porciones de 0,5; 1,0; 1,5; 3,0 y 3,5 cm^3 en matraces aforados de 10 cm^3. Adicionar agua para completar un volumen de 5 cm^5 en cada matraz y colocar 5 cm^3 en otro matraz para el blanco. Adicionar a cada vaso 1 cm^3 de solución -naftol y agitar. Añadir a cada tubo 0,5 cm^3 de la solución alcalina de creatina, completar a volumen y agitar vigorosamente por un minuto. Leer la absorbancia a 530 nm, 5 minutos exactos después de agitar. Repetir el proceso para cada tubo hasta completar las lecturas para los patrones y la muestra.

Graficar los valores de absorbancia contra concentración de diacetilo para los patrones y calcular el contenido de diacetilo en la cerveza.

6.12 BIBLIOGRAFIA

ASBC.AMERICAN SOCIETY OF BREWING CHEMISTS. Methods of Analysis. St. Paul Minn. A.S.B.C. 1976. 7 Ed.

Association of official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis of A.O.A.C. 14 Ed. Washinton D.C. P.O Box Benjamin Franklin Station, 1984. 1984.

KIRK R. E. y OTHMER D. F., Enciclopedia de Tecnologia Química, Unión Tipográfica Hispano-Americana, Méjico 1962.

MAHECHA G. Evaluación Sensorial en el Control de Calidad de Alimentos Procesados. Ed. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1985.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TECNICAS. ICONTEC. 543. Segunda revisión. Bebidas alcohólicas. Malta Cervecera.

ICONTEC 1119. Malta. Determinación del extracto.

ICONTEC 1122. Malta. Determinación del poder diastásico.

ICONTEC 1345. Malta de cebada cervecera. Determinación de -amilasa.

ICONTEC 1508. Malta. Determinación de la humedad.

ICONTEC 79. Cervezas. Preparación de la muestra para análisis.

ICONTEC 80. Cervezas. Método para determinar el peso específico relativo.

ICONTEC 81. Cervezas. Método de arbitraje para determinar el contenido de alcohol.

ICONTEC 82 Cervezas. Método gravimétrico para determinar el contenido de alcohol.

ICONTEC 83. Cervezas. Método de arbitraje para determinar el extracto real.

ICONTEC 84. Cervezas. Método usual para determinar el extracto real.

ICONTEC 85. Cervezas. Método para determinar cenizas.

ICONTEC 86. Cervezas. Método de arbitraje para determinar la acidez total.

ICONTEC 87. Cervezas. Método para determinar la acidez total.

ICONTEC 88. Cervezas. Método para determinar la acidez volátil.

ICONTEC 89. Cervezas. Método práctico para determinar la acidez volátil.

ICONTEC 90. Cervezas. Método de arbitraje para determinar el contenido total de fósforo.

ICONTEC 91. Cervezas. Extracción de muestras.

ICONTEC 136. Cervezas. Determinación de extracto aparente.

ICONTEC 137. Cervezas. Método para determinar el extracto del mosto original por cálculo.

ICONTEC 138. Cervezas. Método para determinar el grado de fermentación aparente por cálculo.

ICONTEC 139. Cervezas. Método para determinar el grado de fermentación real por cálculo.

ICONTEC 140. Cervezas. Método para determinar la fermentación final o extracto fermentable por levadura.

ICONTEC 141. Cervezas. Método rápido para determinar la fermentación final o extracto fermentable por levadura.

ICONTEC 142. Cervezas. Método para determinar la reacción con yodo.

ICONTEC 143 Cervezas. Método electrométrico para determinar el pH.

ICONTEC 144. Cervezas. Método de referencia para determinar el amargo en cervezas, expresado como isohumulonas.

ICONTEC 145. Cervezas. Método rápido para la determinación del amargo en cerveza expresado como isohumulanas.

ICONTEC 146. Cervezas. Método para determinar el color mediante espectrofotómetros o fotómetros calibrados.

ICONTEC 147. Cervezas. Determinación del color en cervezas por medio de patrones de color.

ICONTEC 148. Cervezas. Método de referencia para determinar el contenido de aire y de CO_2 en cervezas envasadas en botellas y latas.

ICONTEC 149. Cervezas. Método manométrico para determinar el dióxido de carbono disuelto en cerveza contenida en tanques.

ICONTEC 150. Cervezas. Método visual para determinar el color.

ICONTEC 151. Cervezas. Método para determinar la turbidez empleando patrones de turbidez.

ICONTEC 152. Cervezas. Método visual para determinar la turbidez causada por frío.

ICONTEC 153. Cervezas. Método nefelométrico para determinar la turbiedad causada por frío.

ICONTEC 154. Cervezas. Método para determinar el valor sigma por el colapso de la espuma.

ICONTEC 155. Cervezas. Método para determinar el contenido de nitrógeno total.

ICONTEC 156. Cervezas. Método para determinar azúcares reductores en cerveza (método de Munson y Walker).

ICONTEC 157. Cervezas. Método para determinar el contenido de dextrinas.

ICONTEC 158. Cervezas. Método volumétrico para determinar contenido de azúcares reductores (Método de Lane-Eynon).

ICONTEC 1345. Malta de cebada cervecera. Método para determinar alfa amilasa.

ICONTEC 1542. Bebidas alcohólicas.Cebada. Determinación de la capacidad germinativa.

ICONTEC 1708.Bebidas alcohólicas. Cervezas. Determinación de hierro.

ICONTEC 1739. Bebidas alcohólicas. Cervezas. Determinación de cobre.

ICONTEC 1770. Bebidas Alcoholicas. Cervezas. Determinación de dióxido de azufre.

ICONTEC 1857. Bebidas Alcoholicas. Cervezas. Determinación de diacetilo.

Indice de Materias

Aceites Hidrogenados 134
Aceites y grasas en agua 182-216
Acidez en agua 171-192
Acidez en cerveza 297-304
Acidez en frutas y sus productos 104
Acidez en jugo de frutas 116
Acidez en pastas alimenticias 63
Acidez fija 240-245-261
Acidez total 245-260-297-304
Acidez volátil 245-261
Acido acético 242
Acido araquidónico 125-128
Acido ascórbico en jugos de frutas 113
Acido benzóico 79
Acido carbónico 213
Acido cítrico 240
Acido linoléico 128
Acido linolénico 128
Acido norhidroguayaréico 135
Acido oléico 128
Acido sórbico 79-238
Acido tartárico 240
Acidos grasos libres 126-128
Acidos orgánicos en el vino 225
Aditivos en aceites 135
Aditivos en productos de frutas 92
Adulteraciones de los aceites 139
Aflatoxinas 3
Agentes mejorantes en harinas 61
Agua en hortalizas y frutas. Determinación 97
Agua para cerveceria 283
Agua potable 169
Agua potable. Análisis bacteriológico 185
Agua potable. Análisis organoléptico 186
Agua potable. Caracteristicas fisicas 171
Aguardiente de caña 251
Aguardientes 223-251
Ajos 69-71
Alcalinidad 184-192-193
Alcohol etílico 261
Alcoholes superiores. Determinación 274
Aldehídos 225-248-263
Alginatos 5
Alimentos concentrados para animales 16
Alimentos concentrados. Análisis 47
Alimentos concentrados. Formulación 21
Alimentos concentrados. Proceso de obtención 20
Aliñado graso 136
Almidón 10-44-46
Alteraciones de los vegetales 77
Aluminio. Determinación 197
Amoniaco 180
Anejamiento 238
Anhidrido sulfuroso y sus sales 79-239-250-266-267
Antioxidantes 126-129
Arata ensayo de 268
Arroz 31
Arsénico 179-201
Astringencia en vinos 241
Avinagramiento 242
Azúcar invertido 84
Azúcares 83-225-298
Azúcares reductores por Fehling-Soxhlet 108-265
Azúcares totales 110-249
Azúcares totales en jugos de frutas 117
Azúcares. Determinación 85
Azufrado 239

Benzoato de sodio 79-239
Berilio. Determinación 197
Bicarbonato de potasio 214
Bióxido de carbono 213-214-298
m-Bisulfito de potasio 239
Bitartrato de potasio 244
Blanqueadores en harinas 61
Boratos 239
Brix verdadero 104
Bromatos 61
Brullé reacción de 153
Butilhidroxianisol (BHA) 129-135
Butilhidroxiquinona (TBHQ) 130
Butilhidroxitolueno (BHT) 130-135

Cadmio. Determinación 198
Calcio carbonato 240
Calcio. Determinación por EDTA 193
Calcio. Determinación por permanganometria 12-53
Calorias 14-251
Caramelo 241
Carbohidratos 5
Carbón vegetal 241
Carbonato de calcio 240
Carbonato de potasio 236
Carotenos 94
Carotenos. Determinación en plantas 98
Cebada 29-33
Cebolla 69
Celulosa 5
Cenizas 11
Cenizas alcalinidad de las 260
Cenizas en bebidas alcohólicas 259
Cenizas en cerveza 298

Cenizas en mermeladas y jaleas 113
Cenizas en pan 58
Cenizas en vino 244
Cenizas. Análisis en farináceas 53
Cenizas. Determinación de hierro 96
Cereales 3-28
Cerveza 281
Cerveza análisis de 302
Chaptalización 236
CHEFTEL J. C. 38
Cianuros 180
Cinc. Determinación 197
Cloro en harinas 61
Cloro residual 181-209
Cloruros 181-207-208
Cobre. Determinación 197
Color en agua 188
Color en cerveza 298
Color en vinos 241-250
Colorantes 81-130-225-268
Colorantes artificiales. Determinación 106
Conductancia especifica 176
Cromo hexavalente 178

Daño enzimático en aceites 137
Daño microbiológico en aceites 138
Demanda quimica de oxígeno (DQO) 174-214
Densidad aparente en aguardientes 258
Densidad aparente en vinos 244
Desecación y polimerización en aceites 139
Diacetilo determinación de 306
Digestibilidad 13
Duraznos 71
Dureza 183-193

Edulcorantes 82
Elaidina prueba de la 166
Emulsionantes 92
Encabezado 224
Encabezar 238
Enocianina 225
Enranciamiento pruebas para 150
Espesantes 92
Espinaca 71
Esteres 225-248-262
Esteroles 126-131
Examen de aceites a la luz UV 143
Examen organoléptico 258
Extracto 244-259-295-296-301
Extracto etéreo 3-48
Extracto no nitrogenado 9
Extracto real 304
Eynon-Lane método de 86

Fallemberg prueba de 150
Farináceas. Análisis próximo 1
Fehling método de 85
Fehling reactivo de 83-109
o-Fenantrolina reactivo 97-200
Fenoles 182-216
Fermentación 236
Fibra bruta o cruda 5
Fibra dietaria 9
Fibra en farináceas 48
Fluor 184
Fluoruros 239
Formiatos de metilo y etilo 79
Fosfátidos 126-131
Fosfatos 180-213
Fósforo. Determinación calorimétrica 56
Fructosa 83
Frutas 69
Frutas coctel de 77
Frutas compota de 77
Frutas confitadas 77
Frutas congeladas 77
Frutas deshidratadas 77
Frutas dulces de 77
Frutas en su jugo 77
Frutas jalea 76
Frutas jarabe 76
Frutas jugo concentrado 76
Frutas jugo de 76
Frutas mermelada 76
Frutas néctar concentrado 76
Frutas pasas 77
Frutas pulpa concentrada 77
Frutas puré de 76
Furfural 248-276

Galatos 135
Gallización 240
Gases disueltos en agua 213
Gay Lussac, grados GL 240-246
Girard ensayo 272
Glicerina 224-267
ß-Glucanos 298
Glucosa 83
Glutelina 30
Gluten observación en harina de trigo 30-62
Gomas 225
Grado alcohólico 239-245-304-257
Granos de cerveceria 293
Grasas 125
Gravedad especifica en aceites 141-154
Gravedad especifica en jugos de frutas 117
Griess método de 204

Halphen prueba de 153-157
Hammond tabla de 86
Hanus método de 160
Harina de trigo 41
Harina de trigo. Proceso de obtención 43
Harinas análisis de 1-44
Hauchecorme reacción de 153
Herzfeld ensayo previo para azúcares 109
Hidroxilamina reactivo 97

Hierro 97-178-200
Hortalizas 69-71
Humedad 2
Humedad en farináceas 47
Humedad en malta 300
Humedad en pan 58

Indice de acidez 144-155
Indice de ácidos volátiles (Reichert-Meissl) 151-163
Indice de ésteres 146-155
Indice de Maumene 151
Indice de peróxido 158
Indice de Polenske 152
Indice de refracción en aceites 142-155
Indice de saponificación 145
Indice de yodo 148-160

Jaleas análisis de 103

Kjeldahl. Determinación de proteína total 3-51
Kjeldahl. Determinación macro 52
Kjeldahl. Determinación micro 53
Konig ensayo de 272
Kreiss reacción de 150-157

Lecitina 129
Leguminosas 3-28-34
Levadura de cerveza 293
Licores 223-251-256
Licores análisis de 257
Lignina 5
Low método de 86-110
Lúpulo 286

Magnesio determinación 199
Maíz 32
Malta 33
Malta análisis de 299
Manganeso 178
Manganeso determinación 199
Mantecas 127
Manzanas 71
Margarinas 136
Materia no saponificable 147-156
Materia orgánica disuelta 191
Mercurio 177
Mercuriométrico método 207
Mermeladas análisis de 103
Metanol 247-272
Método refractométrico para determinar azúcares 92
Métodos polarimétricos para determinar azúcares 87-111
Miel de abejas 84
Miel de caña 84
Mohr método de 207
Molibdato de amonio solución 56
Morrison F.B. 38
Munson y Walker método de 85-109
Nessler tubos de 188
Nessler reactivo de 204
Nitratos 181
Nitritos 180
Nitrógeno amino libre 297

Oxidos de etileno y propileno 80
Oxidos de nitrógeno en harinas 62

Pan 38
Pan análisis 58
Pan requisitos comerciales 39
Panela 84
Papas 71
Papaya 71
Pastas alimenticias 44
Pastas alimenticias análisis 63
Pastas alimenticias ensayo de cocción 63
Pasteurización 239
Pectina determinación método de Ruck 107
Pectinas 5-95
Pentosanas 5
Peptinas determinación en corteza de naranja 101
Persulfatos en harinas 61
Peso específico 295-303
pH en agua 192
pH en cerveza 303
pH en frutas y sus productos 104
pH en pan 57
Pigmentos 126-130
Pizza 23-66
Plato grados 296
Plaguicidas residuos de 185
Plaguicidas uso de 77
Plomo 177-198
Potasio en vinos 225
Preservativos 79
Prolaminas 30
Proof grados 257
Proteína bruta 3
Proteína factores de cálculo 4
Proteínas en cerveza 297
Proteínas en malta 302
Prueba fría en aceites 143
Puerros 69
Punto de humo en aceites 143
Quitian 23
Rábanos 71
Ración equilibrada 20
Rancidez oxidativa 136
Remolacha 71
Reversión 137

Soxhlet, aparato 50
Sacarosa 84
Sacarosa Clerget 90
Salicilatos 239
Sangre desfibrinada 241
Schiff reactivo de 263
Secantividad 153
Selenio 179
Sodio en vinos 225

Sólidos disueltos totales 190
Sólidos insolubles en agua. Determinación 104
Sólidos solubles en agua. Determinación 105-117
Sólidos totales 105-190
Solución amortiguadora pH 10 194
Solución de ácido clorhídrico 0,1 N 51
Solución de hidróxido de sodio 0,1 N 104
Solución de wijs 161
Solución de Nessler 204
Solución de permanganato de potasio 0,1 N 54
Solución de yodo 0,05 N 264
Solución indicadora de fenolftaleína 192
Solución indicadora de metilnaranja 192
Solución indicadora de murexida 194
Solución indicadora de negro de eriocromo 193
Solución inhibidora de carbamato 194
Solución patrón de cloroplatinato 188
Solución patrón de EDTA 0,02M 193
Solución patrón de IBr 160
Soluciones amortiguadoras 192
Soluciones de tiosulfato de sodio 0,1 N 158
Sorbato de potasio 80
Squaleno 148
Sulfatos 180-212
Sustancia seca 2
Sustancias activas al azul de metileno 182-218
Sustancias vegetales, análisis 78

Tabla de composición de alimentos colombianos ICBF 65
Taninos 225-237
Tartrato de potasio 236
Tashiro indicador para punto final 51
Tiempo de conversión 297-300
Título en aceites 153-164
Tocoferoles 129
Tomates 71
Triglicéridos 126
Trigo 29-30
Turbiedad 189-303

Umbral de olor 186
Unidades de energía 14

Valor calórico 14
Valor ITT 299
Van Soest determinación de fibra 8
Vanadato de amonio solución 56
Villavechia - Fabris prueba de 153-157
Vino análisis de 243
Vino composición química 224
Vino definición 224
Vinos 223
Viscosidad dinámica 302
Vitamina C determinación 61-94-113
Vitamina C en harinas 61
Vitamina C generalidades 93
Vitaminas 126-130
Volumen específico en pan 60

Weende método 7
White house determinación de fibra 8
Wijs método de 148-161

Zanahoria 71

PUBLICACIONES DE LA ACADEMIA COLOMBIANA DE CIENCIAS EXACTAS, FISICAS Y NATURALES

COLECCION JORGE ALVAREZ LLERAS

Volumen 1 - **Mora-Osejo, L.E.** 1987. Estudios morfológicos, autoecológicos y sistemáticos en Angiospermas. 1/16. 196 pp, 75 figs.

Volumen 2 - **Murillo, M.T. & M.A. Harker.** 1990. Helechos y plantas afines de Colombia. 1/16. 326 pp, 145 figs.

Volumen 3 - **Lozano Contreras, G.** 1994. Las Magnoliaceae del Neotrópico 1/16 148 pp, 57 figs.

Volumen 4 - **Eslava, J.** Aspectos relacionados con la erupción del volcán Nevado del Ruiz. 1/16 174 pp, 46 figs.

Volumen 5 - **Rocha Campos Marta.** Diversidad en Colombia de los Cangrejos del género *Neostrengeria*. 1/16 IV + 144 pp, 47 figs.

Volumen 6 - **Mora-Osejo, L. E. & Sturm Helmut.** 1994. Estudios Ecológicos del Páramo y del bosque altoandino. Cordillera Oriental de Colombia. Tomos I y II. 716 pp, 190 figs.

Volumen 7 - **Díaz, J. M.; Garzón-Ferreira J. & Zea Sven.** 1995. Los arrecifes coralinos de la Isla de San Andrés, Colombia: estado actual y perspectivas para su conservación. 1/16. 152 pp, 15 figs, 27 tablas y 15 láminas a color.

Volumen 8 - **Eslava Ramirez, J.A.** 1995. Régimen de la presión atmosférica en Colombia. 1/16. 152 pp, 94 figs, 59 tablas.

Volumen 9 - **Donato Rondón, J. Ch., L. E. González G. & C. L. Rodríguez.** Ecología de dos Sistemas Acuáticos de Páramo. 1/16. 168 pp, 53 figs, 14 tablas, 9 fotografías.

Volumen 10 - **Andrade-C. M.G., G. Amat & F. Fernández** (Eds.). Insectos de Colombia - Estudios Escogidos. 1/16. 544 pp.

COLECCION ENRIQUE PEREZ ARBELAEZ

Volumen 1 - Memorias del Seminario en conmemoración del Centenario de Erwin Schrödinger. 1/16. 221 pp.

Volumen 2 - **Díaz, S. & A. Lourteig.** 1989. Génesis de una Flora. 1/16. xii. + 362 pp, 35 figs.

Volumen 3 - **Cubillos, G., F.M. Poveda & J.L. Villaveces.** 1989. Historia Epistemológica de la Química. 1/16. 128 pp.

Volumen 4 - **Hernández de Alba, G. & A. Espinosa.** 1991. Tratados de Minería y Estudios Geológicos de la época Colonial, 1616-1803. 1/16 xii + 92 pp, 1 fig.

Volumen 5 - **Díaz-Piedrahita, S.** (Editor) 1991. José Triana, su vida, su obra y su época. 1/16 Viii + 188 pp, 73 figs.

Volumen 6 - **Díaz-Piedrahita, S.** 1991. La Botánica en Colombia, hechos notables en su desarrollo. 1/16 x + 126 pp, 30 figs.

Volumen 7 - **Mantilla, L.C. & S. Díaz-Piedrahita.** 1992. Fray Diego García, su vida y su obra científica en la Expedición Botánica. 1/16 xv + 284, 14 figs.

Volumen 8 - **Arias de Greiff, J.** 1993. Historia de la Astronomía en Colombia. 1/16 200 pp, 23 figs.

Volumen 9 - **Lértora Mendoza, C. A.** 1995. Fuentes para el estudio de las ciencias exactas en Colombia. 1/16. 316 pp.

Volumen 10 - **Gauss, C. F.** 1995. Disquisitiones Arithmeticae. Traductores: Hugo Barrantes Campos, Michael Josephy, Angel Ruiz Zúñiga. 1/16. 540 pp.

Volumen 11 - **Murillo, L. M.** 1997. Luis María Murillo Quinche. Obra selecta. 1/16. X + 188 pp.

Volumen 12 - **Romero, A. M.D.** 1997. La investigación de las dolencias infecciosas en la historia. 1/16. XIV + 484 pp. 35 figs.

COLECCION JULIO CARRIZOSA VALENZUELA

Volumen 1 - **Castillo, G.** 1992. Física Cuántica, teoría y aplicaciones. Tomo primero. 1/16 xxxii + 410, 77 figs.

Volumen 2 - **Bernal de Ramírez, I.** 1993. Análisis de Alimentos. 1/16 XVIII + 314 pp, 28 figs.

Volumen 3 - **Castillo, G.** 1994. Física Cuántica, teoría y aplicaciones. 1/16. Tomo segundo xx + 406 pp., 49 figs.

Volumen 4 - **Cáceres, D.** (Editor). 1995. Creando ciencia Crean docencia. 1/16. 140 pp., 38 figs.

Volumen 5 - **Romero, C. M. & L. H. Blanco**. 1996. Tópicos en Química Básica. 1/16. 240 pp, 56 figs.

Volumen 6 - **Peña G. & M. Pinto,** 1996. Mamíferos más comunes en sitios precerámicos de la sabana de Bogotá. 1/16 98 pp, 1 mapa, 6 dibujos a color, 18 láminas y 48 gráficas.

COLECCION MEMORIAS

Volumen 1 - Memorias del Seminario Nacional "El quehacer teórico y las perspectivas holista y reduccionista 1/16. VIII + 184 pp.

Volumen 2 - Memorias del Seminario Konrad Lorenz sobre Etología. 1/16 IV + 38 pp.

Volumen 3 - Memorias del Seminario Taller sobre Alta Montaña Colombiana. 1/16. 116 pp.

Volumen 4 - Memorias del Primer Congreso Nacional de Neurocomputación. 1/16. XIV + 184 pp.

Volumen 5 - Memorias del Primer Congreso Nacional de sobre Cambio Climático. 1/16. 138 pp., 9 figs.

Volumen 6 - Memorias del Coloquio "Ciencia, Tecnología y Cultura". 1/16. XII + 198 pp.

Volumen 7 - Memorias de la III Escuela de Verano en Geometría Diferencial, Ecuaciones Diferenciales Parciales y Análisis Numérico. 1/16. XV + 108 pp.

Volumen 8 - Memorias del Seminario de Ciencia Teórica. 1/16. XV + 170 pp.

Volumen 9 - Memorias del Seminario en conmemoración de los 400 años del nacimiento de René Descartes. 1/16. XII + 226 pp.

Las anteriores publicaciones pueden ser solicitadas directamente a la Academia,
Apartado **44763**, Santafé de Bogotá, D.C., Fax (571)2443186 Tel. (571) 3414805
Sede alterna: Trans. 27 No. 39A - 63/67 – Tel.: 3680365
E.Mail: accefyn@org.co
Se ofrecen en venta o mediante intercambio por publicaciones similares.
Mayor información a través de Internet: URL: http://www.accefyn.org.co

Este libro se terminó de
imprimir en el mes de marzo de
1998, en los talleres gráficos de
Editora Guadalupe Ltda., Santafé
de Bogotá, Colombia